

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Loreta Savić

Zagreb, 2011.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Mentor:

Doc. dr. sc. Vera Rede, dipl. ing.

Student:

Loreta Savić

Zagreb, 2011.

Izjavljujem da sam ja, Loreta Savić, samostalno izradila diplomski rad na temu "Utjecaj opterećenja na tvrdoću dupleks čelika" koristeći navedenu literaturu i znanje stečeno tijekom studija.

Zahvaljujem se svojoj mentorici doc. dr. sc. Veri Rede na velikoj pomoći i razumijevanju koje mi je pružila tijekom izrade rada.

Također sa zahvaljujem prof. dr. sc. Lidiji Ćurković i mag. ing. Marijani Majić-Renjo za pruženu pomoć pri odabiru stručne literature i korisnim savjetima tijekom izrade rada te mag.ing. Saši Kovačiću za pomoć pri izvođenju eksperimenata.

Loreta Savić



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za diplomske ispite studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment, inženjerstvo
materijala i mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu	
Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa:	
Ur.broj:	

DIPLOMSKI ZADATAK

Studentica: **LORETA SAVIĆ**

Mat. br.: 0035149319

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **UTJECAJ OPTEREĆENJA NA TVRDOĆU DUPLEKS ČELIKA**

Naslov rada na engleskom jeziku: **LOAD EFFECT ON THE HARDNESS OF A DUPLEX STEEL**

Opis zadatka:

Vrijednosti tvrdoće izmjerene Vickersovom metodom ne ovise o primijenjenom opterećenju. Ova tvrdnja ne vrijedi za vrlo male iznose opterećenja tj. kod mjerenja mikrotvrdoće. Kod nekih materijala izmjerena tvrdoća se smanjuje s porastom opterećenja, što se karakterizira kao normalan utjecaj opterećenja na tvrdoću, dok se kod drugih materijala izmjerena tvrdoća povećava s opterećenjem, što je obrnut utjecaj opterećenja na tvrdoću. Za kvantitativno određivanje ovog utjecaja primjenjuju se nekoliko matematičkih modela kako bi se utvrdilo da li u određenom slučaju ovisnost postoji, kojeg je karaktera i čega je posljedica.

U radu je potrebno:

- opisati najčešće primjenjivane matematičke modele za analizu utjecaja opterećenja na rezultate mjerenja tvrdoće po Vickersu,
- na pripremljenim uzorcima dupleks čelika izmjeriti tvrdoću pri različitim opterećenjima (HV0,05, HV0,1, HV0,2, HV0,5 i HV1), u različitim smjerovima s obzirom na smjer valjanja,
- odabrati jedan od opisanih matematičkih modela i njime analizirati dobivene rezultate,
- na temelju provedene analize donijeti zaključke o djelovanju primijenjenog opterećenja na vrijednost tvrdoće kod dupleks čelika i o utjecaju usmjerenosti strukture na isto.

Zadatak zadan:

08. rujna 2011.

Rok predaje rada:

10. studenog 2011.

Predviđeni datumi obrane:

16. – 18. studenog 2011.

Zadatak zadala:

Doc. dr. sc. Vera Rede

Predsjednik Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Franjo Cajner

SADRŽAJ

SAŽETAK	III
POPIS SLIKA	IV
POPIS TABLICA	VII
POPIS OZNAKA	VIII
1. UVOD.....	1
2. DUPLEKS ČELICI	2
2.1. Povijest i podjela.....	3
2.2. Mikrostruktura dupleks čelika	5
2.3. Svojstva dupleks čelika	11
2.4. Toplinska obrada.....	19
2.5. Primjena dupleks čelika.....	19
3. MJERENJE TVRDOĆE VICKERS METODOM	21
4. MATEMATIČKI MODELI ZA ANALIZU.....	25
4.1. Meyerov zakon.....	26
4.2. Model otpornosti razmjernan svojstvima uzorka (PSR)	32
4.3. Modificirani model otpornosti razmjernan svojstvima uzorka (MPSR)	33
5. EKSPERIMENTALNI DIO	37
5.1. Materijal za ispitivanje	37
5.2. Mjerenje tvrdoće	38
5.3. Analiza rezultata	47
5.3.1. Utjecaj opterećenja na rezultate mjerenja tvrdoće	47
5.3.2. Utjecaj usmjerenosti strukture na rezultate mjerenja tvrdoće	49

5.3.3. Primjena Meyerovog zakona	52
5.3.4. Primjena PSR modela	54
5.3.5. Primjena MPSR modela.....	55
ZAKLJUČAK	59
PRILOG	60
Prilog 1.	60
Prilog 2.	61
Prilog 3.	62
LITERATURA.....	63

SAŽETAK

U radu je određen utjecaj primijenjenog opterećenja na rezultate mjerenja tvrdoće dupleks čelika. Tvrdoća je mjerena metodom po Vickersu na tri karakteristična uzorka s obzirom na smjer valjanja, u rasponu opterećenja od 0,4905 N do 9,81 N (*HV0,05*, *HV0,1*, *HV0,2*, *HV0,5* i *HV1*). Rezultati mjerenja su pokazali da iznos opterećenja utječe na rezultate mjerenja tvrdoće. Tvrdoća se povećava s povećanjem opterećenja, što je *obrnut utjecaj opterećenja* na izmjerenu tvrdoću. U svrhu analize tog utjecaja primijenjena su tri matematička modela: Meyerov zakon, model otpornosti razmjernog svojstvima uzorka (PSR) i modificirani model otpornosti razmjernog svojstvima uzorka (MPSR). Regresijskom analizom rezultata potvrđeno je da se sva tri modela mogu primijeniti za kvantitativno određivanje utjecaja opterećenja na tvrdoću dupleks čelika.

Dobiveni rezultati prikazani su tablično i u obliku dijagrama.

POPIS SLIKA

Slika 1.	Karakteristične mikrostrukture nehrđajućih čelika i Schaefflerov dijagram [1].....	3
Slika 2.	Mikrostruktura dupleks čelika s označenim fazama [2]	5
Slika 3.	Prikaz djelovanja nikla na mikrostrukuturu [2]	6
Slika 4.	Usporedba udjela legirnih elemenata kod dupleks i austenitnih čelika [3]	7
Slika 5.	Modelski prikaz osnovnih tipova dvofazne strukture [4]	8
Slika 6.	Pseudobinarni dijagram za sustave Fe-Cr-Ni [5]	10
Slika 7.	Mehanizam rupičaste korozije a) oko rupice; b) u rupici [7]	12
Slika 8.	Usporedba CCT i CPT za austenitne i dupleks čelike [2]	13
Slika 9.	Mehanizam napetosne korozije [7]	14
Slika 10.	Otpornost na napetosnu koroziju austenitnog 316 čelika i nekih dupleks čelika (naprezanje koje izaziva pukotine prikazano na ordinati kao izraz granice razvlačenja) [2]...	15
Slika 11.	Usporedba vlačne i stvarne čvrstoće dupleks čelika sa nekim čelicima, Al i bronce [3]	16
Slika 12.	Usporedba granice razvlačenja nekih dupleks čelika s austenitnim čelikom 316L [2]	18
Slika 13.	Spreminici za čuvanje napitaka od dupleks čelika [8].....	20
Slika 14.	Most Stonecutters u Hong Kongu [2]	20
Slika 15.	Skica penetratora i otiska kod Vickersove metode [9]	21
Slika 16.	Određivanje vršnog kuta piramide [9]	22
Slika 17.	Prikaz Vickersovog penetratora i mogućih izgleda otisaka nakon rasterećenja [10]	23
Slika 18.	Prikaz utjecaja opterećenja na izmjerenu tvrdoću [10].....	25
Slika 19.	Linearna ovisnost $\text{Log}F=f(\text{log}d)$ [14]	27
Slika 20.	Mjerenje utisnuća istih konstituenata pri različitim opterećenjima [14]	28

Slika 21.	Linearna regresijska analiza [14]	29
Slika 22.	Konstrukcija pravca tvrdoće [14].....	30
Slika 23.	Funkcijska ovisnost $HV_{\mu}=f(d)$ za $n<2$ [14]	31
Slika 24.	Funkcijska ovisnost $HV_{\mu}=f(d)$ za $n>2$ [14].....	31
Slika 25.	Vrijednosti Vickersove tvrdoće prema modelu PSR (uzorak: keramika SiC) [10]	33
Slika 26.	Grafički prikaz ovisnosti F o d za uzorak SiC prema modelu MPSR [10]	35
Slika 27.	Položaj ispitnih uzoraka s obzirom na smjer valjanja ploče:	38
Slika 28.	Tvrdomjer Instron Wolpert Tukon 2100B [15]	39
Slika 29.	Otisak indentora na uzorku ($HV0,2$)	40
Slika 30.	Rezultati mjerenja mikrotvrdoće $HV0,05$ za uzorak 1	41
Slika 31.	Rezultati mjerenja mikrotvrdoće $HV0,1$ za uzorak 1	41
Slika 32.	Rezultati mjerenja mikrotvrdoće $HV0,2$ za uzorak	42
Slika 33.	Rezultati mjerenja tvrdoće $HV0,5$ za uzorak 1	42
Slika 34.	Rezultati mjerenja tvrdoće $HV1$ za uzorak 1	42
Slika 35.	Rezultati mjerenja mikrotvrdoće $HV0,05$ za uzorak 2.....	43
Slika 36.	Rezultati mjerenja mikrotvrdoće $HV0,1$ za uzorak 2.....	43
Slika 37.	Rezultati mjerenja mikrotvrdoće $HV0,2$ za uzorak 2.....	43
Slika 38.	Rezultati mjerenja tvrdoće $HV0,5$ za uzorak 2.....	44
Slika 39.	Rezultati mjerenja tvrdoće $HV1$ za uzorak 2.....	44
Slika 40.	Rezultati mjerenja tvrdoće $HV0,05$ za uzorak 3.....	45
Slika 41.	Rezultati mjerenja tvrdoće $HV0,1$ za uzorak 3	45
Slika 42.	Rezultat mjerenja tvrdoće $HV0,2$ za uzorak 3.....	45
Slika 43.	Rezultati mjerenja tvrdoće $HV0,5$ za uzorak 3.....	46
Slika 44.	Rezultati mjerenja tvrdoće $HV1$ za uzorak 3.....	46
Slika 45.	Ovisnost vrijednosti tvrdoće o primijenjenom opterećenju za uzorak 1	48

Slika 46.	Ovisnost vrijednosti tvrdoće o primijenjenom opterećenju za uzorak 2	48
Slika 47.	Ovisnost vrijednosti tvrdoće o primijenjenom opterećenju za uzorak 3	48
Slika 48.	Ovisnost vrijednosti tvrdoće o primijenjenom opterećenju za sva tri uzorka	49
Slika 49.	Usporedba tvrdoće $HV0,05$, $HV0,1$, $HV0,2$, $HV0,5$ i $HV1$ za uzorke 1, 2 i 3.	50
Slika 50.	Usporedba sva tri uzorka za sve izmjerene tvrdoće	50
Slika.51.	Otisci penetratora tvrdomjera na faze austenita i ferita	50
Slika 52.	Parametri Vickersove tvrdoće za uzorak 1 prema modelu PSR	54
Slika 53.	Parametri Vickersove tvrdoće za uzorak 2 prema modelu PSR	54
Slika 54.	Parametri Vickersove tvrdoće za uzorak 3 prema modelu PSR.....	55
Slika 55.	Parametri Vickersove tvrdoće za uzorak 1 prema modelu MPSR	56
Slika 56.	Parametri Vickersove tvrdoće za uzorak 2 prema modelu MPSR	56
Slika 57.	Parametri Vickersove tvrdoće za uzorak 3 prema modelu MPSR	57

POPIS TABLICA

Tablica 1.	Sastav i mehanička svojstva pojedinih dupleks čelika [6].....	17
Tablica 2.	Fizikalna svojstva dupleks čelika [2]	18
Tablica 3.	Rezultati regresijske analize prema modelu PSR za uzorak SiC keramike [10]	33
Tablica 4.	Parametri a_0, a_1, a_2 prema MPSR [10].....	34
Tablica 5.	Kemijski sastav ispitivanog materijala iskazan masenim udjelom, %.	37
Tablica 6.	Srednje vrijednosti tvrdoće za sva tri uzorka i sva opterećenja	40
Tablica 7.	Analiza rezultata Vickersove tvrdoće za sva 3 uzorka prema Meyerovom zakonu	53
Tablica 8.	Rezultati analize Vickersove tvrdoće za sva 3 uzorka prema modelu PSR	55
Tablica 9.	Rezultati analize Vickersove tvrdoće za sva 3 uzorka prema modelu MPSR....	57
Tablica 10.	Usporedba <i>HVT</i> prema PSR i MPSR za sva 3 uzorka.....	57

POPIS OZNAKA

F	[N]	primijenjena sila
d	[mm]	srednja vrijednost dijagonala baze piramide
HV	–	tvrdoća po Vickersu
K	$[N\ mm^{-n}]$	konstanta za pojedini materijal (Meyerov zakon)
n	–	Meyerov broj ili indeks
a_1	$[N\ mm^{-n}]$	koeficijent vezan uz prividnu tvrdoću (MPSR)
a_2	$[N\ mm^{-n}]$	koeficijent vezan uz „stvarnu” tvrdoću (MPSR)
a_0	[N]	konstanta kod MPSR
HV_T	–	„stvarna“ tvrdoća po Vickersu
ΔHV	–	razlika između izmjerene i stvarne tvrdoće

1. UVOD

Dupleks čelici pripadaju skupini nehrđajućih čelika, a posebni su po tome što jedini u skupini imaju dvojni, dupleks strukturu sastavljenu od podjednakih udjela ferita i austenita. Izbalansirana dupleks struktura postiže se točno propisanim kemijskim sastavom i odgovarajućom toplinskom obradom. Ovakva mikrostruktura „zaslužna“ je za izvanrednu kombinaciju mehaničkih i korozijskih svojstava ove skupine čelika. Jedno od važnijih mehaničkih svojstava svih tehničkih materijala, pa tako i dupleks čelika, jest tvrdoća.

Tvrdoća predstavlja mehaničko svojstvo materijala, a definira se kao otpornost materijala prema prodiranju drugog, znatnije tvrđeg materijala. Ispitivanje tvrdoće spada među najvažnija i najčešće primijenjivana ispitivanja mehaničkih svojstava. Tvrdoća koja se mjeri s vrlo malim iznosima opterećenja naziva se mikrotvrdoća. Njome se mjere tvrdoće malih presjeka i zrna strukturnih faza.

Jedna od najčešće primijenjivanih metoda za mjerenje tvrdoće materijala je metoda po Vickersu. No, kod primjene malih opterećenja primijećen je efekt ovisnosti izmjerene tvrdoće o veličini opterećenja. Pri malim opterećenjima izmjerena tvrdoća izmjerena tvrdoća se smanjuje ili povećava porastom opterećenja. Ako se izmjerena tvrdoća nekog materijala smanjuje s porastom opterećenja, to se karakterizira kao normalan utjecaj opterećenja na tvrdoću, a ako se izmjerena tvrdoća povećava s opterećenjem, to je obrnut utjecaj opterećenja na tvrdoću. Ovaj utjecaj opterećenja na tvrdoću može se kvantificirati primjenom nekoliko matematičkih modela. Njihovom primjenom može se utvrditi da li u određenom slučaju postoji spomenuta ovisnost, kojeg je karaktera i čega je posljedica, a sve u svrhu dobivanja što točnijih rezultata.

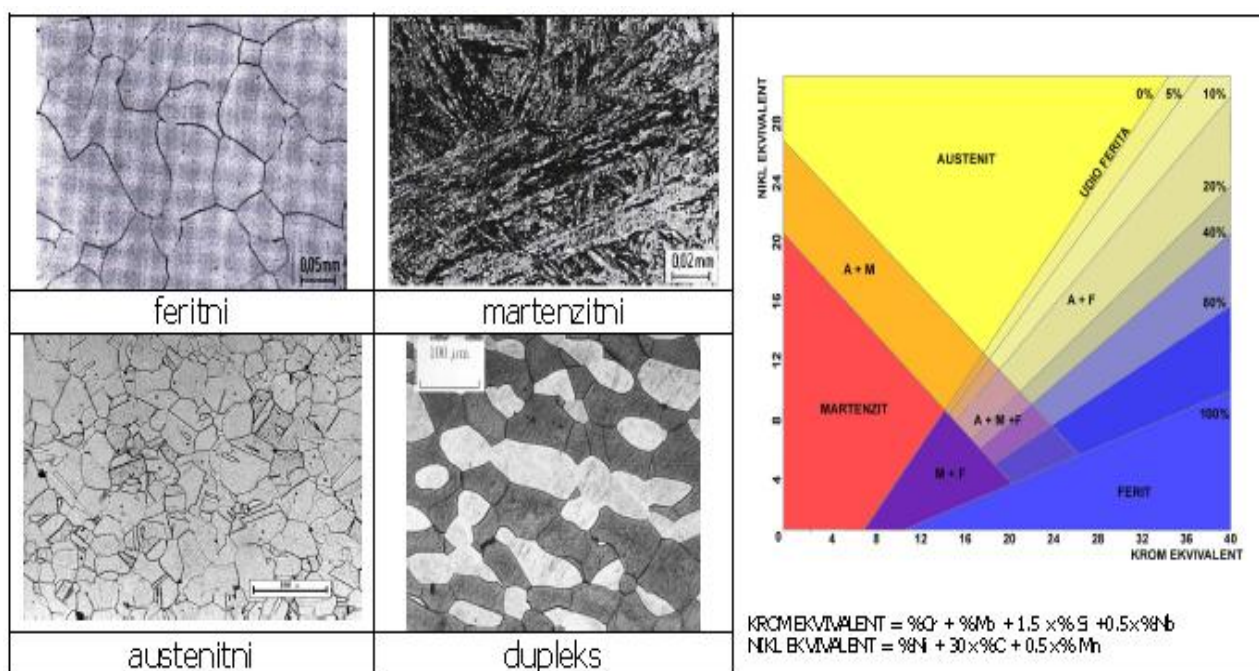
2. DUPLEKS ČELICI

Nehrđajući čelici pripadaju u skupinu visokolegiranih čelika. Otpornost prema koroziji i mehaničkom naprezanju postiže se legiranjem s niklom, manganom, kromom, molibdenom, titanom i drugim manje zastupljenim elementima. Glavni mehanizam za ostvarivanje antikorozivne zaštite je legiranje s kromom kojeg mora biti najmanje 12% ili iznad granice pasivnosti. Krom na površini metala tvori kromov oksid koji je otporan na koroziju i kompaktan tako da ne dopušta prolaz mediju i daljnju koroziju.

Osnovna podjela nehrđajućih čelika prema mikrostrukturi svodi se na sljedeće grupe:

- Austenitni
- Feritni
- Martenzitni
- **Dupleks**

Ova podjela može se proširiti ako se uzme u obzir i mogućnost očvršćivanja, pa tako postoji i peta skupina nehrđajućih čelika - tzv. precipitacijski očvršnuti čelici. Slika 1. prikazuje izgled mikrostrukture ovih čelika. Lijevo se nalazi Schaefflerov dijagram koji prikazuje kako struktura nehrđajućih čelika ovisi o omjerima krom i nikal-ekvivalentnih legiranih elemenata, [1].



Slika 1. Karakteristične mikrostrukture nehrđajućih čelika i Schaefflerov dijagram [1]

Dupleks čelici dvofazni su čelici austenitno-feritne strukture (omjeri 60:40 do 40:60). Ovom kombinacijom postignuta je dobra otpornost na interkristalnu i rupičastu koroziju. Ujedno postignuta je bolja zavarljivost i bolja mehanička svojstva. Dupleks nehrđajući čelici počinju se primjenjivati od 1930. g. iako tek 1970-ih ulaze u širu upotrebu.

2.1. Povijest i podjela

Prvi dupleks čelici proizvedeni su u Švedskoj 1930. godine i korišteni su u papirnoj industriji. Njihov razvitak potaknut je potrebom da se smanji ili ukloni interkristalna i napetosna korozija kojoj su bili podložni rani austenitni nehrđajući čelici. Prvi dupleks čelični ljevovi proizvedeni su također 1930. godine u Finskoj, a taj je patent 1936. ustupljen Francuskoj za proizvodnju preteče današnjeg Uranus 50 dupleks lijeva. Nakon Drugog svjetskog rata dupleks čelici sve su češće u upotrebi u raznim granama industrije. Ta generacija čelika odlikovala se dobrim uporabnim svojstvima, ali pokazivala je slabosti pri zavarivanju, jer je zona utjecaja topline imala loša svojstva. Prilikom zavarivanja dolazi

do feritizacije, a ona je štetna jer povećava udio feritne strukture, što će pak dovesti do stvaranja krhkih struktura u području zavarenog spoja. Ovaj nedostatak riješen je u drugoj generaciji dupleks čelika dodatkom dušika (0,1-0,25% N) jer on širi austenitno područje. Godine 1968. počinje se primjenjivati novi način proizvodnje ovih čelika, tzv. AOD postupak (Argon Oxygen Decarburization) kojim je omogućena proizvodnja legura sa izuzetno niskim udjelom ugljika te precizan nadzor nad sastavom legure tijekom cijelog procesa proizvodnje, kao i mogućnost namjernog dodavanja dušika kao legirnog elementa prilikom same proizvodnje. Time započinje veća primjena ove skupina čelika, a nova generacija zadovoljila je zahtjeve za otpornošću prema koroziji u kloridnom okruženju, dobru obradljivost i visoku čvrstoću, pa se koriste u brzo razvijajućoj naftnoj industriji i na prvim off shore platformama, [2].

Daljnijim razvojem ovih čelika stvoreni su nehrđajući superdupleks čelici. Njih karakterizira povećan udio kroma (više od 25%), a legirani su s molibdenom i dušikom što im omogućuje bolja mehanička svojstva. Za razliku od običnih dupleks čelika imaju bolju strukturnu stabilnost, posebice u zoni utjecaja topline. Koriste se najčešće kao konstrukcijski čelici.

Današnji dupleks čelici mogu se podijeliti u četiri grupe:

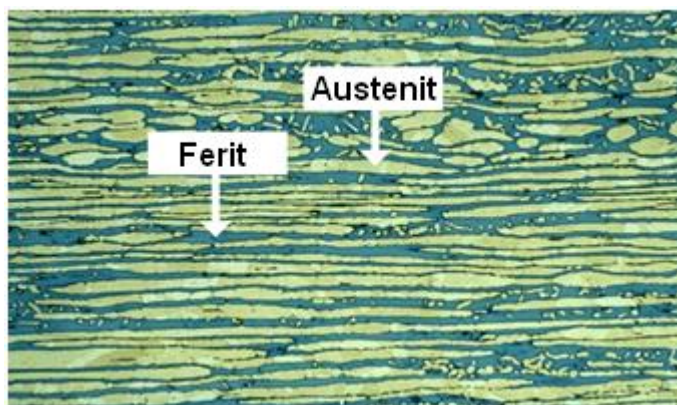
- Fe-23Cr-4Ni-0,1N ili dupleks čelici bez Mo
- Fe-22Cr-5,5Ni-3Mo-0,15N ili dupleks čelici s 22% Cr
- Fe-25Cr-5Ni-2,5Mo-0,17N-Cu ili dupleks čelici s 25% Cr
- Fe-25Cr-7Ni-3,5Mo-0,25N-W-Cu ili super dupleks čelici s 25% Cr

Navedena podjela napravljena je na osnovi postojanosti dupleks čelika na rupičastu koroziju tj. prema vrijednosti djelotvorne sume PRE (Pitting Resistance Equivalent), koji se izračunava prema izrazu:

$$PRE = \%Cr + 3,3 \times \%Mo + 16 \times \%N \quad (1)$$

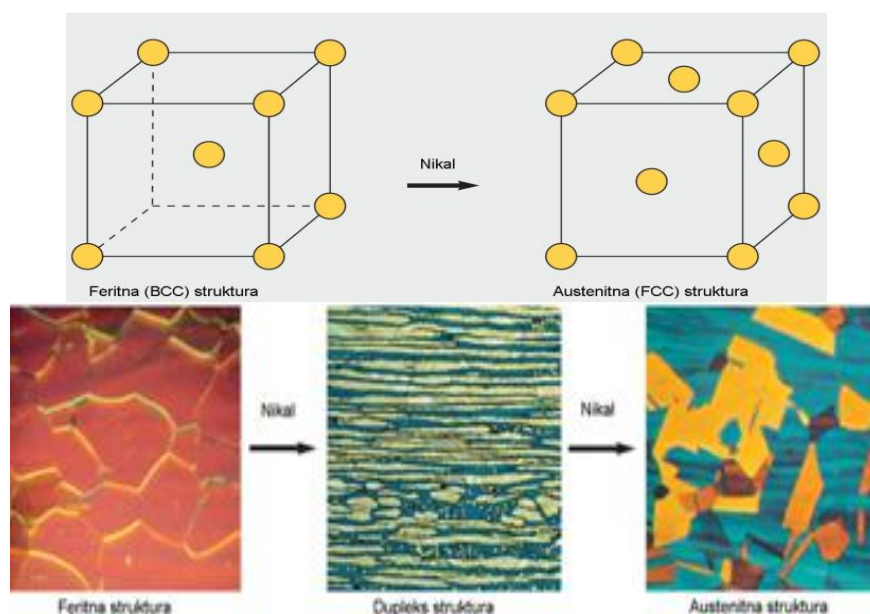
2.2. Mikrostruktura dupleks čelika

Iako je prihvaćeno da se poželjna svojstva ove skupine čelika mogu postići balansiranjem udjela faza ferita i austenita od 40% pa do 60%, uobičajeno je da mikrostruktura dupleksa sadrži približno jednake udjele obje faze (slika 2.). Općenito gledano dupleks čelici sadrže 22-27% Cr, 3-7% Ni i do 4% Mo.



Slika 2. Mikrostruktura dupleks čelika s označenim fazama [2]

Interakcija legirajućih elemenata, posebice kroma, nikla, molibdena i dušika vrlo je složena i da bi se postigla stabilna mikrostruktura poželjnih svojstava, potrebno je pažljivo odrediti i održati ispravan udio svakog pojedinog elementa u mikrostrukturi.



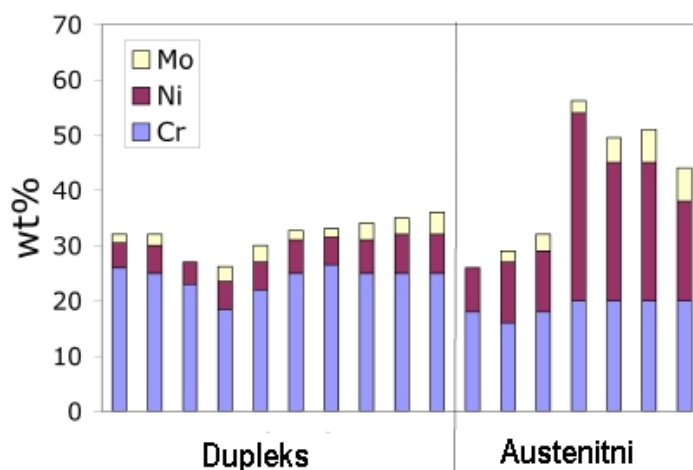
Slika 3. Prikaz djelovanja nikla na mikrostrukuturu [2]

- Krom (Cr): glavni legirajući element skupine nehrđajućih čelika, jer već 10.5% Cr je dovoljno da se na površini čelika stvori pasivni film koji ga štiti u slabo korozivnoj okolini. Povećanjem njegova udjela u mikrostrukтури raste otpornost čelika prema koroziji. Krom je feritni (alfageni) element jer potiče stvaranje BCC kristalne rešetke. Kod većeg udjela kroma, potrebno je i više nikla kako bi se stvorila austenitna odnosno dupleks mikrostruktura. Veći udio kroma također potiče stvaranje intermetalnih faza, ali i otpornost na oksidaciju pri povišenim temperaturama. Sadržaj kroma kod austenitnih je najmanje 16%, a kod dupleks čelika 20%.
- Molibden (Mo): ovaj element, uz krom kod nehrđajućih čelika osigurava otpornost na rupičastu koroziju. Kada je udio kroma barem 18%, dodatak molibdena postaje tri puta efektivniji za otpornost na rupičastu i napetosnu koroziju u kloridnoj okolini. Molibden je također alfageni element te kao i krom potiče stvaranje intermetalnih faza u čeliku. Zbog toga je uobičajeno njegovo ograničenje do 7,5% u austenitnim i do 4% u dupleks čelicima.
- Dušik (N): povećava otpornost na rupičastu i napetosnu koroziju kod dupleks čelika. Također povećava i njihovu čvrstoću i zapravo je najučinkovitiji u

povećanju tog svojstva i ujedno najjeftiniji legirajući element. Povećanje čvrstoće posljedica je većeg udjela austenitne faze, (jer dušik je gamageni element), te smanjenja intermetalnih faza. Sam dušik ne sprječava precipitaciju intermetalnih faza, već ju odgađa dovoljno dugo da ne dođe do problema prilikom izrade i obrade dupleks čelika. Dušik se dodaje austenitnim i dupleks čelicima s vrlo visokom otpornošću na koroziju koji sadrže veće postotke kroma i molibdena, kako bi odgodio stvaranje σ -faze.

- Nikal (Ni): stabilizator austenita, što potiče stvaranje FCC kristalne rešetke (slika 3). Dok feritni čelici ne sadrže gotovo nimalo ovog elementa, a u austenitnim njegov udio je najmanje 6%, dupleks čelici sadržavaju od 1.5% do najviše 7%. Dodatak nikla također odgađa stvaranje intermetalnih faza u čeliku, iako je dušik u tome učinkovitiji.

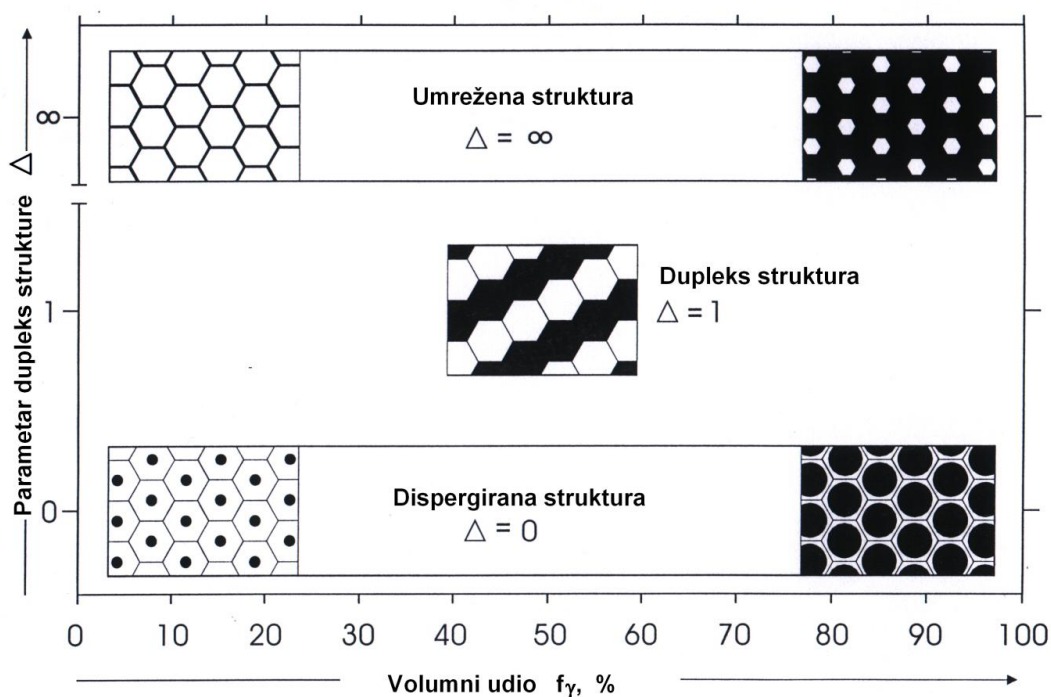
Kao što je vidljivo iz slike 4, dupleks čelici imaju manji udio legiranih elemenata nego austenitni nehrđajući čelici, a najveća razlika je u udjelu nikla kojeg imaju gotovo upola manje od tipičnog austenitnog čelika. Zbog toga su jeftiniji od austenitne skupine i manje osjetljivi na cijenu nikla.



Slika 4. Usporedba udjela legiranih elemenata kod dupleks i austenitnih čelika [3]

Prema [4], sve dvofazne strukture mogu se svrstati u jedan od tri osnovna tipa, što je prikazano na slici 5:

1. dispergirana struktura
2. dupleks struktura
3. umrežena struktura



Slika 5. Modelski prikaz osnovnih tipova dvofazne strukture [4]

Svaki tip strukture može se opisati odgovarajućim topološkim parametrima. Pod topologijom se podrazumijeva raspored i položaj geometrijskih struktura u prostoru. Idealnu dvofaznu dupleks strukturu sastavljenu od α kristala i γ kristala, s $\alpha\alpha$ i $\gamma\gamma$ kristalnim granicama te $\alpha\gamma$ faznim granicama, definiraju sljedeći topološki parametri:

- Volumni udjeli faza α i γ : $f_\alpha = f_\gamma = 0,5$
- Parametar dupleks strukture: $\Delta = \rho_{\gamma\gamma} / \rho_{\alpha\alpha} = 1$ (1.2)

$\rho_{\gamma\gamma}, \rho_{\alpha\alpha}$ - gustoća kristalnih granica

- Parametar disperzije: $\delta = \rho_{\alpha\gamma} / \rho_{\alpha\alpha} = 2$ (1.3)

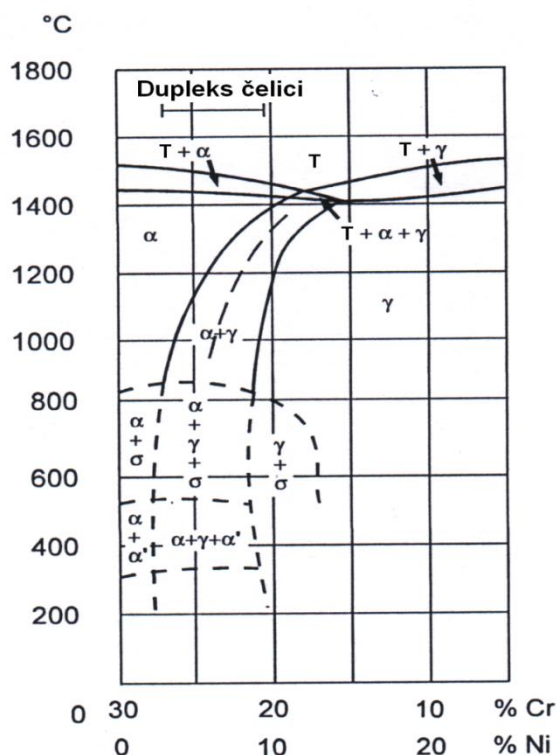
$\rho_{\alpha\gamma}$ - gustoća faznih granica

- Kontigvitet (ili mjera povezanosti) faza: $K_\alpha = 2\rho_{\alpha\alpha} / (2\rho_{\alpha\alpha} + \rho_{\alpha\gamma})$ (1.4)

$$K_\gamma = 2\rho_{\gamma\gamma} / (2\rho_{\gamma\gamma} + \rho_{\alpha\gamma}) \quad (1.5)$$

- Odnos kontigviteta faza: $K_\alpha / K_\gamma = (\rho_{\alpha\alpha} / \rho_{\gamma\gamma}) \times [(2\rho_{\gamma\gamma} + \rho_{\alpha\gamma}) / (2\rho_{\alpha\alpha} + \rho_{\alpha\gamma})] = 1$ (1.6)

Formiranje bifazne feritno-austenitne strukture prikazano je u pseudobinarnom dijagramu stanja za sustav Fe-Cr-Ni (slika 6.) Dupleks čelici primarno kristaliziraju u 100%-tni ferit. Odvođenjem topline i hlađenjem ferita stvara se po granicama feritnih zrna austenit. Daljnjim hlađenjem austenitna zrna rastu, prvo po granicama, a onda i po određenim kristalografskim ravninama unutar feritnog zrna. Pri procesu transformacije ferita u austenit, legirni elementi koji stabiliziraju austenit (ugljik, nikal, dušik i bakar) difundiraju u austenit, a legirni elementi koji stabiliziraju ferit (krom, molibden i volfram) otapaju se u feritu. Količina austenita ovisi o brzini ohlađivanja ferita, vrsti i udjelu legirnih elemenata te o brzini difuzije svakog pojedinog legirnog elementa.



Slika 6. Pseudobinarni dijagram za sustave Fe-Cr-Ni [5]

Optimalna fazna ravnoteža kod dupleks čelika postiže se pri podjednakim volumnim udjelima ferita i austenita. Zato se za određeni kemijski sastav brzina ohlađivanja podešava tako da u temperaturnom intervalu između 1050 i 1150°C u strukturi ima 50% ferita i 50% austenita. Hlađenje se nastavlja gašenjem u vodi što osigurava zadržavanje postignutog faznog omjera i na sobnoj temperaturi. Osim postizanja uravnoteženog faznog omjera gašenjem se sprječava stvaranje štetnih precipitata: karbida, nitrida, sigma faze, Chi faze, Lavesove faze, α' -faze i još nekih. Izlučivanje ovih faza uzrokuje snižavanje žilavosti i korozijske postojanosti.

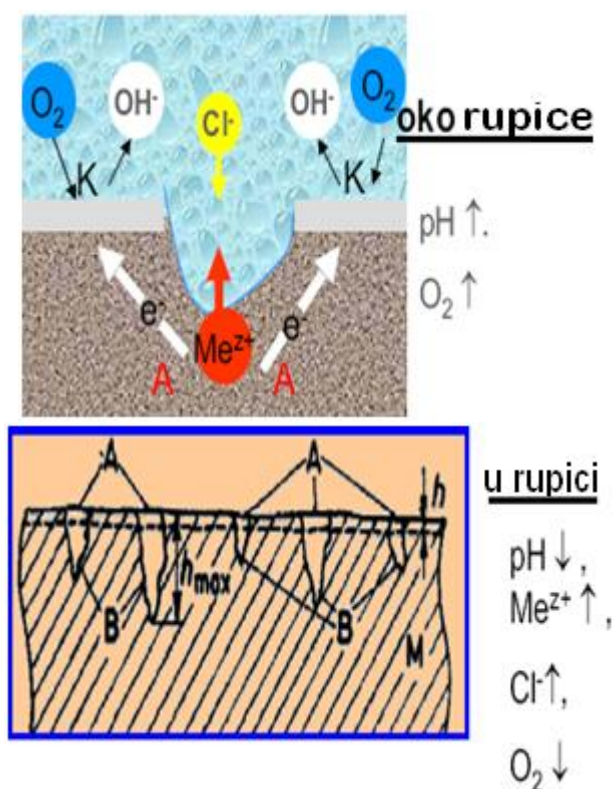
Opasnost od nastanka nepoželjnih faza povećava se povećanjem udjela legirnih elemenata pa je posebno izražena kod superdupleks čelika.

2.3. Svojstva dupleks čelika

Korozijska postojanost

Kao što je već spomenuto, dupleks čelici iskazuju veliku otpornost u svim korozivnim okolinama u kojima se primjenjuju i drugi nehrđajući čelici, no u nekima od njih dupleksi su se pokazali značajno superiorniji u odnosu na druge nehrđajuće čelike. Ta superiornost proizlazi iz strukture koja sadrži velik udio kroma koji daje otpornost na oksidirajuće kiseline, te dovoljan postotak molibdena i kroma za otpornost u umjereno reducirajućim kiselinama. Takva mikrostruktura pruža relativno dobru otpornost na rupičastu koroziju i na koroziju u procjepu. Njihova dvofazna struktura, s najmanje 40% ferita, razlog je otpornosti na napetosnu koroziju izazvanu kloridima, koja je daleko veća od otpornosti austenitnih nehrđajućih čelika. Feritna faza je međutim osjetljiva na vodikovu krhkost. Zato dupleks čelici nemaju dobru otpornost u okolinama gdje može doći do reakcije s vodikom.

Rupičasta korozija jedan je od najčešćih oblika razaranja materijala uzrokovano lokalnom depasivacijom metala (nehrđajućih čelika). Kloridni ioni u vodenim otopinama posebno su opasni agresivni čimbenici koji uzrokuju ovu vrstu korozije, a slično negativno djelovanje imaju i ostali halogeni ioni poput fluorovih i bromovih iona. Rupičasta korozija je autokatalitički proces, jer jednom kad rupica nastane i kad se pokrene razaranje u uskom području oko nje, dolazi do promjena u mediju unutar rupice koja postaje obogaćena metalnim kationima (Me^+) i kloridima, a osiromašena katodnim reaktantima (otopljeni kisik), [1].



Slika 7. Mehanizam rupičaste korozije a) oko rupice; b) u rupici [7]

Unutar rupice se znatno smanjuje pH vrijednost. Tako nastali kloridni medij vrlo je opasan jer sprječava repasivaciju (ponovno stvaranje pasivnog filma na površini čelika) i potiče daljnje širenje rupice (slika 7.)

Za razmatranje ove korozije važna je još jedna veličina. Za određeni kloridni okoliš svaki čelik se može okarakterizirati temperaturom iznad koje dolazi do pojave rupičaste korozije i njezinog širenja unutar 24 sata. Ispod te temperature neće doći do rupičaste korozije na neodređeno dugo vrijeme. Ta temperatura se naziva kritična temperatura rupičaste korozije ili CPT (engl. critical pitting temperature).

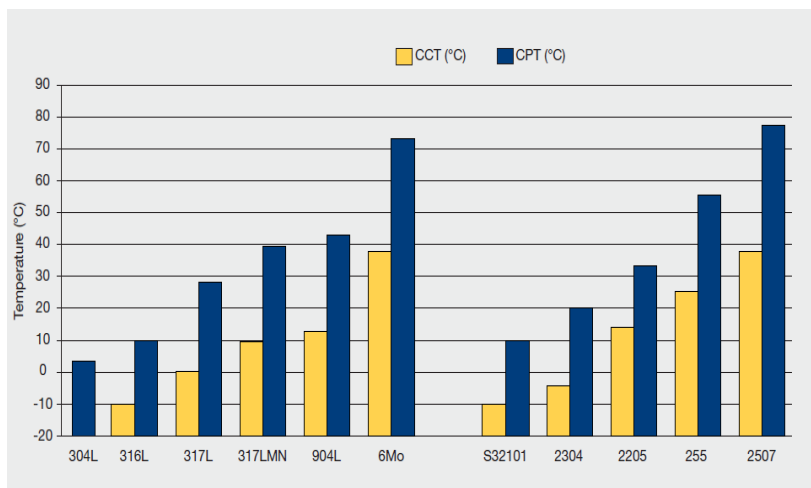
Za koroziju u procjepu također postoji kritična temperatura, CCT (engl. critical crevice temperature), koja ovisi o određenom čeliku, okolišu, ali i karakteristikama ove korozije (dužini i širini korozije u procjepu).

Korozija u procjepu javlja se kod konstrukcija gdje nastaje procjep između pojedinih dijelova konstrukcije izrađene od nehrđajućih čelika, i gdje dolazi do pojave iniciranja korozijskih procesa isključivo u tom procjepu zbog nastanka lokalnih članaka

diferencijalne aeracije kao i nagomilavanja agresivnih čimbenika iz medija unutar procjepa. Kod nehrđajućih čelika brojni međusobno povezani čimbenici (metalurški, geometrijski) kao i značajke medija utječu na iniciranje i propagiranje korozije u procjepu. Prilikom korozije, otpušteni metalni ioni (prvenstveno kroma) dovode unutar procjepa do povećanja kiselosti uslijed niza reakcija hidrolize koje dovode do migracije i nagomilavanja kloridnih iona u mediju unutar procjepa.

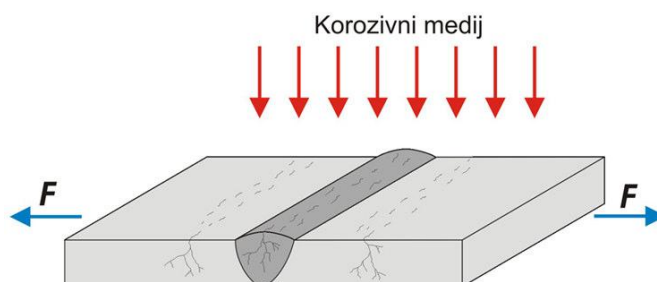
Kako je za održavanje pasivnosti čelika potrebna prisutnost kisika, svaka nehomogenost unutar tih procjepa može dovesti do lokalne depasivacije čelika i do velikih brzina daljnjeg širenja razaranja. Ova korozija može se izbjeći odgovarajućim konstrukcijskim rješenjima prilikom projektiranja strojnih dijelova.

Visoki udjeli kroma i molibdena u dupleks čelicima osiguravaju dobru otpornost na lokalnu koroziju izazvanu kloridima. Što su veće kritične temperature, to je bolja otpornost materijala na koroziju. Slika 8. prikazuje CPT i CCT temperature za neke dupleks (desna strana) i austenitne čelike (lijeva strana). Vidi se da su obje temperature za dupleks čelik oznake 2205 daleko iznad vrijednosti istih za austenitni čelik tip 316.



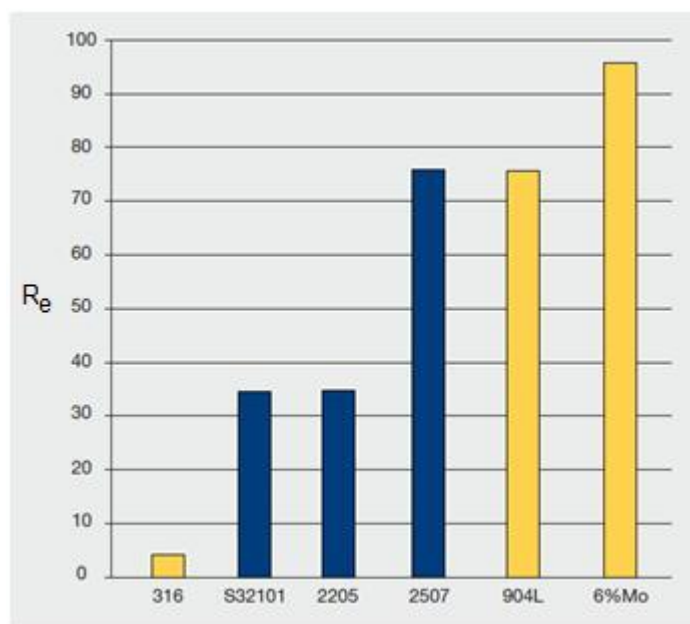
Slika 8. Usporedba CCT i CPT za austenitne i dupleks čelike [2]

Napetosna korozija je korozijski mehanizam u kojem kombinacija metala, prisutnih vlačnih napreznja i značajke medija dovode do pojave pukotina na materijalu, što pokazuje slika 9. Napetosna korozija je vrlo složena pojava podložna utjecajima brojnih čimbenika, a napreduje transkristalno ili interkristalno. Ovaj tip korozije nastupit će najčešće na hladno deformiranim lokalitetima, jer tamo zaostaju napreznja, ili u okolini zavarenih spojeva gdje se događaju strukturne promjene i veća su zaostala napreznja.



Slika 9. Mehanizam napetosne korozije [7]

Jedan od razloga početka primjene dupleks čelika jest upravo njihova dobra otpornost na napetosnu koroziju izazvanu kloridima. U usporedbi s austenitnim čelicima slične otpornosti na rupičastu koroziju i koroziju u procjepu, dupleks čelici iskazuju značajno bolju otpornost na napetosnu koroziju. Veliki postotak dupleks čelika u kemijskoj industriji zamijenio je austenitnu skupinu u primjeni gdje je velik rizik od pojave ove vrste korozije. Vidljivo je to i iz slike 10, koja prikazuje otpornost na napetosnu koroziju nekih dupleks čelika u odnosu na austenitni 316 čelik. Međutim i dupleks čelici mogu biti osjetljivi na napetosnu koroziju pod određenim uvjetima, u uvjetima visokih temperatura i tlakova u kombinaciji s kloridima.

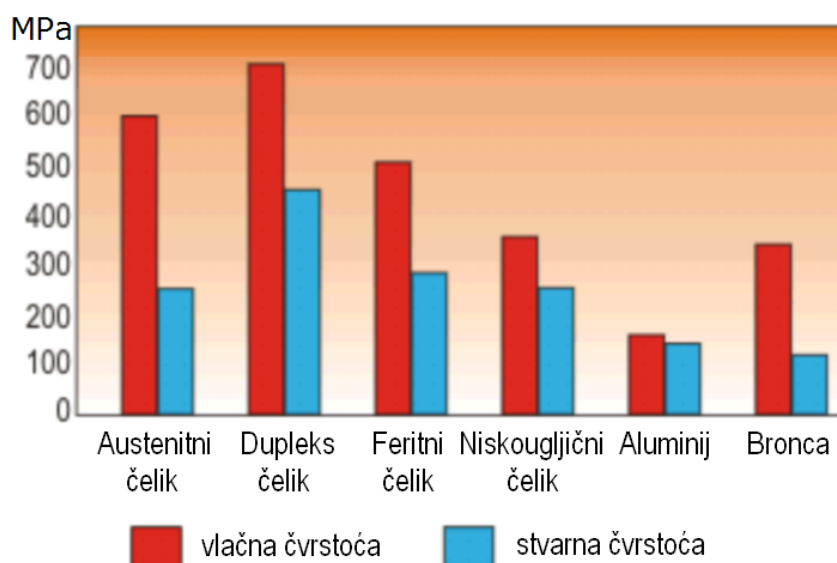


Slika 10. Otpornost na napetosnu koroziju austenitnog 316 čelika i nekih dupleks čelika (naprezanje koje izaziva pukotine prikazano na ordinati kao izraz granice razvlačenja) [2]

Dupleks čelici su potpuno otporni na senzibilizacijom izazvanu interkristalnu koroziju u gotovo svakom okruženju. Zbog vrlo niskog udjela ugljika ne dolazi do stvaranja kromovih karbida po granicama između feritnih i austenitnih zrna, a ako i nastanu, sniženje udjela kroma u njihovoj okolini nije toliko da izazove interkristalnu koroziju.

Mehanička svojstva

Dupleks čelici imaju izvanredna mehanička svojstva. Čvrstoća dupleks skupine značajno je veća u odnosu na uobičajene feritne i austenitne nehrđajuće čelike (slika 11). Unatoč visokoj čvrstoći posjeduju dobru istezljivost i žilavost. Granica razvlačenja dupleks čelika na sobnoj temperaturi je više nego dvostruko veća od standardnih austenitnih čelika koji nisu legirani dušikom. Slika 12. prikazuje usporedbu granice razvlačenja dupleks čelika sa austenitnim nehrđajućim čelikom 316L. Tablica 1. prikazuje sastave i svojstva nekih dupleks čelika.



Slika 11. Usporedba vlačne i stvarne čvrstoće dupleks čelika sa nekim čelicima, Al i bronce [3]

Tvrdoća dupleks čelika veća je od tvrdoće čelika feritne skupine, ali manja od austenitnih nehrđajućih čelika.

Nažalost, kod dupleks čelika se javlja ista slabost kao i kod drugih nehrđajućih čelika, “krhkost 475°C“, zbog čega se dupleks čelici ne bi trebali primjenjivati pri temperaturama iznad 300°C.

Mehanička svojstva dupleks čelika su vrlo anizotropna, odnosno ovise o usmjerenosti mikrostrukture. Uzrok su tome izduženost zrna i kristalografska tekstura koji su rezultat toplog i hladnog valjanja dupleks čelika. Čvrstoća je u smjeru okomitom na smjer valjanja veća nego u smjeru valjanja. Žilavost je također veća u smjeru okomitom na smjer valjanja. Za mehanička svojstva dupleks čelika općenito vrijedi sljedeće:

- Tvrdoća dupleks čelika kreće se u rasponu od 250 do 350 *HV*.
- Mikrotvrdoća: austenita ~300 *HV0,025*, ferita od 300 do 600 *HV0,025*
- Vlačna čvrstoća, R_m : 700-1100 N/mm^2
- Konvencionalna granica razvlačenja, $R_{p0,2}$: 500-800 N/mm^2
- Udarne radnje loma, *KV*: do 170 *J*

Tablica 1. Sastav i mehanička svojstva pojedinih dupleks čelika [6]

DUPLEKS - (NEHRĐAJUĆI) ČELICI (DIN 17440 - IZVOD)											
Oznaka čelika VDEh	Sastav "ostalo", %	Gašenje		Mehanička svojstva							
		ug, °C	Sredstvo	Rm, N/mm ²	Rp0,2, N/mm ² pri ug, °C					As, % min	KUdvm,J min.
					20	100	200	300	350		
X2 CrNiMoN 22 5 3	0,15 N	1040-1100	zrak, voda	650-900	440	350	310	280	270	30	70
X4 CrNiMoNb 25 7 2	0,5 Nb	950-1050	zrak, voda	640-900	490	420	370	350		25	55
X8 CrNiMoN 27 5 2	0,1 N	951-1050	voda	640-900	490	420	370	350		25	55
X2 CrNiMoN 26 5 4	2,2 Mo 0,5 W 0,35 N	952-1050	voda	min 750	590	500	460	440		25	55
X2 CrNiMoTi 21 6 2*	0,3 Ti	~ 1000	voda, ulje	min 640	470						
X2 CrNiTi 22 6*	0,4 Ti			min 620	380						
X2 CrNiMoN 25 5 2	0,17 N			690-900	440						
X5 CrNiTi 26 7*	0,25 Ti			640-980	480						
X5 CrNiMoCu 26 8 *	1,5 Cu			680-800	470						

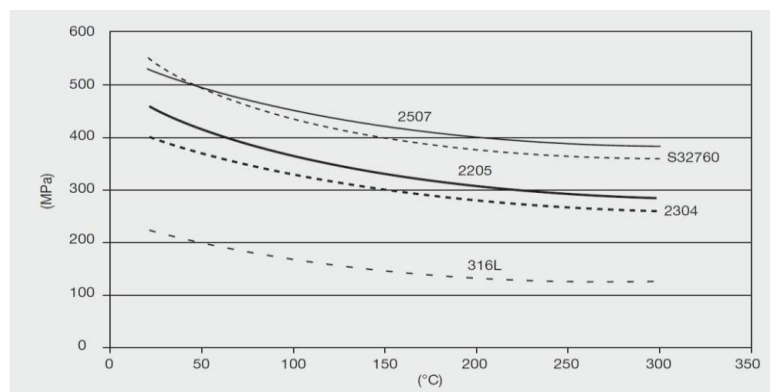
*Nisu još normirani u DIN-u

koeficijenti toplinskog rastezanja:

za 20 - 100 °C: $\beta = 11,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

za 200 - 300 °C: $\beta = 13,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

koeficijenti toplinske vodljivosti pri 20°C: $\lambda = 15 \text{ W/mK}$



Slika 12. Usporedba granice razvlačenja nekih duplex čelika s austenitnim čelikom 316L [2]

Fizikalna svojstva

Fizikalna svojstva duplex čelika su po vrijednostima negdje između feritnih i austenitnih čelika. Neka važnija fizikalna svojstva duplex čelika dana su u tablici 2.

Tablica 2. Fizikalna svojstva duplex čelika [2]

Legura	UNS broj	Gustoća g/cm ³	Specifični toplinski kapacitet J/kgK	Električna otpornost μΩm	Modul elastičnosti GPa		
					20°C	100°C	200°C
329	S32900	7,70	460	0,80	200	195	185
3RE60	S31500	7,75	482	-	200	190	180
2304	S32304	7,75	482	0,80	200	190	180
2205	S31803	7,85	482	0,80	200	190	180
DP-3	S31260	7,80	502	-	200	-	-
UR 47N	S32750	7,85	480	0,80	205	194	181
Ferralum 255	S32550	7,81	488	0,84	210	200	198
DP-3W	S39274	7,80	502	-	200	-	-
Zeron 100	S32760	7,84	-	0,85	190	-	-
UR 52N+	S32520	7,85	450	0,85	205	185	185
2507	S32750	7,79	485	0,80	200	190	180

2.4. Toplinska obrada

Toplinska obrada radi eliminacije nepoželjnih faza jednaka je kao i kod austenitnih čelika. Žarenjem pri temperaturi iznad 850°C uklanja se σ -faza u austenitu i feritu. Donja granica gašenja je oko 1000°C. Ova skupina nehrđajućih čelika ne grije se iznad temperature 1100°C jer bi time nastao znatno veći udio ferita i svi problemi koji dolaze sa njim. Prilikom žarenja na temperaturu od 1050°C do 1100°C i pri duljim žarenjima na temperaturi od 850°C do 950°C dolazi do stabilizacije. Poslije prvog navedenog žarenja slijedi gašenje u vodi, a nakon drugog žarenja gašenje u zraku.

Poslije hladnog oblikovanja ove čelike treba rekristalizacijski žariti te gasiti u vodi, čime se uklanjaju precipitati, σ -krhkost i "krhkost 475 °C". Žarenje na temperaturu od 870°C do 950°C uklanja kromove karbide na granici faze. Gašenjem u zraku, ulju ili vodi, izbjegavaju se ta dva tipa krhkosti.

2.5. Primjena dupleks čelika

Vrlo povoljna svojstva dupleks čelika osiguravaju im široko polje upotrebe. Ipak njihova otpornost na napetosnu koroziju u okruženju klorida njihova je najvažnija prednost. Primjenjuju se u industriji nafte i plina za izradu crpki, destilatora, desalinizatora morske vode, lopatica miješalica, zasuna, ventila, cjevovoda, crpki za mulj itd. U petrokemijskoj industriji koriste se za izradu uređaja sinter-monomer, alata za izradu PVC-a, separatora polipropilena, cijevi izmjenjivača topline, cijevi dekompozera itd. Kod kemijsko-procesne industrije koriste se u proizvodnji masnih kiselina. U brodogradnji od njih se izrađuju propeleri, osovine, kormila, grijači napojne vode, klizni ležajevi, itd. U industriji papira služe za izradu ventila digestora, usmjerivača ploče ciklona, cijevi regeneracijskih peći, a primjenu nalaze i u prehrambenoj industriji u transportu i pohrani jestivih ulja, vina, voćnih sokova, mlijeka itd (slika 13.). Dupleks čelik zbog poželjnih

svojstava ima važnu ulogu i u gradnji mostova, primjer čega je Stonecutters most u Hong Kongu (slika 14.) za koji je utrošeno preko 2000 tona dupleks čelika.



Slika 13. Spreminici za čuvanje napitaka od dupleks čelika [8]

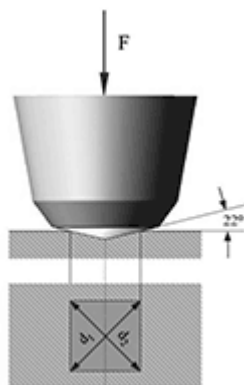


Slika 14. Most Stonecutters u Hong Kongu [2]

3. MJERENJE TVRDOĆE VICKERS METODOM

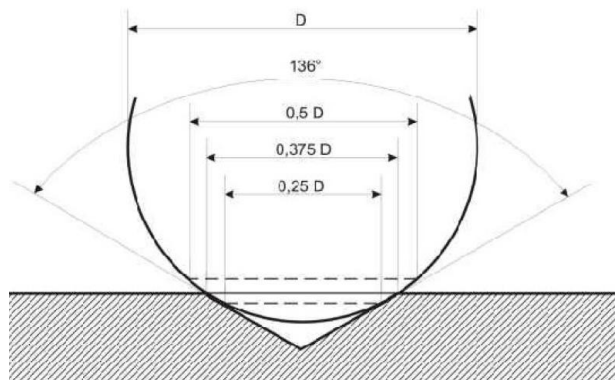
Ispitivanje tvrdoće spada među najvažnija i najčešće primjenjivana ispitivanja mehaničkih svojstava i iako mehanička svojstva utvrđena ispitivanjem tvrdoće nisu jednoznačno definirane veličine, ona je u korelaciji s nekim drugim mehaničkim svojstvom, poput vlačne čvrstoće, otpornosti na abrazijsko trošenje itd. Najčešće se za mjerenje tvrdoće koriste Brinellova, Rockwellova i Vickersova metoda koje su statičke metode mjerenja tvrdoće. Kod statičkih metoda mjerenja tvrdoće sila kojom se penetrator utiskuje u materijal je statička.

Određivanje tvrdoće metodom po Vickersu temelji se na mjerenju veličine otiska koji je nastao nakon utiskivanja dijamantnog penetratora određenim opterećenjem na ispoliranu površinu uzorka. Penetrator je istostrana četverostrana piramida s kutom između stranica od 136° . Utiskivanjem penetratora u materijalu ostaje otisak prikazan na slici 15.



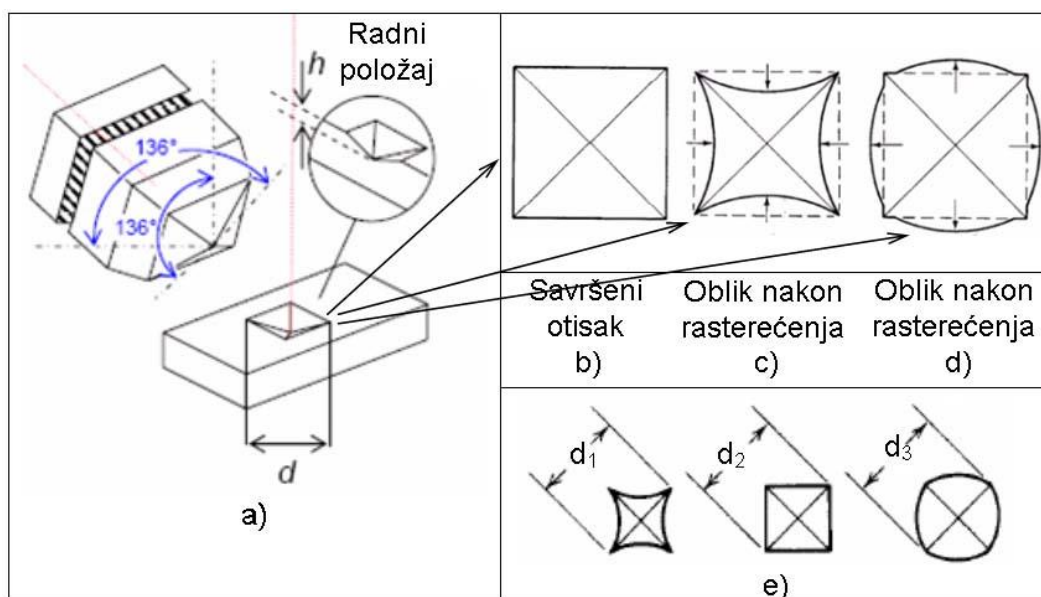
Slika 15. Skica penetratora i otiska kod Vickersove metode [9]

Vickersova metoda slična je Brinellovoj, jer se utiskivač određenom silom utiskuje u materijal, a kut 136° odabran je zato jer taj kut zatvaraju tangencijalne ravnine na Brinellovu kuglicu pri optimalnoj veličini otiska od $d = 0,375 \times D$, slika 16.



Slika 16. Određivanje vršnog kuta piramide [9]

Pomoću mjernog uređaja mjere se dijagonale (d_1 , d_2) baze piramide otisnute u materijalu. Otisak kojeg ostavi Vickersova piramida nije uvijek savršenog oblika (slika 17a), već dolazi do iskrivljenja uslijed elastičnog efekta. Na slici 17c) prikazan je oblik otiska nakon rasterećenja koji se deformirao uslijed elastičnog povrata materijala oko ravnih površina penetratora. Drugim riječima, došlo je do smanjivanja (skupljanja) površine otiska. Na slici 17d) prikazana je deformacija otiska uslijed proširenja površina, odnosno povećanja površine otiska oko ravnih površina penetratora. Utjecaj elastične deformacije na veličinu otiska prikazuje slika 17e), na kojoj su shematski prikazana tri otiska jednakih dijagonala, ali različitih površina ($d_1 = d_2 = d_3$; $A_1 < A_2 < A_3$). Kod Vickersa se tvrdoća računa na osnovi veličine otiska.



Slika 17. Prikaz Vickersovog penetratora i mogućih izgleda otisaka nakon rasterećenja [10]

Kod ispitivanja tvrdoće po makro skali koriste se mase (5, 10, 20, 30, 50 i 100 kg) i pridodaju se oznaci *HV* da bi se istaknula korištena sila utiskivanja, npr. *HV30*.

Uobičajeni iznosi sile kod Vickersove metode iznose od 49 do 980 N, ali mogu se koristiti i manja opterećenja. Ako sila utiskivanja iznosi od 1,96 do 49 N, govorimo o semimikrotvrdoći, a opterećenja niža od 1,96 N koriste se za mjerenje tzv. mikrotvrdoće. Na taj način moguće je mjeriti tvrdoće pojedinih faza, npr. tvrdoće kristalnih zrna u mikrostrukturi materijala. Trajanje opterećenja penetratora iznosi od 10 do 15 s, a iznimno se za mekane materijale može i produljiti. Mikrotvrdomeri koji rade po Vickersovoj metodi raspolažu čak i sa silom $F=0,098$ N.

Upotreba određene sile ovisi i o debljini uzorka. Moguće je mjeriti i vrlo tanke uzorke primjenom malog opterećenja. Vickersova metoda je bezdimenzionalna veličina, a uz iznos tvrdoće navodi se i sila opterećivanja, [11].

Pomoću mjernog mikroskopa mjere se dijagonale (d_1 i d_2) baze piramide otisnute u materijalu, a tvrdoća se određuje iz jednadžbe:

$$HV = 0,1891F/d^2 \quad (1)$$

Gdje je:

F - primijenjena sila u njutnima (N)

d - srednja vrijednost dijagonale baze piramide u mm, $d=(d_1+d_2)/2$

Prednosti Vickersove metode:

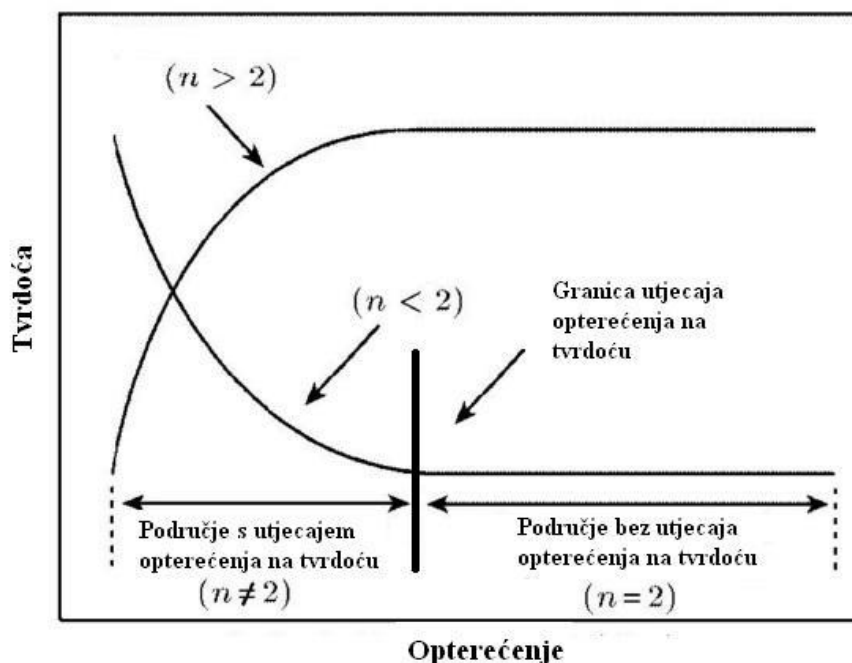
- rubovi i krajevi dijagonala uobičajeno su dobro vidljivi pa je mjerenje dijagonale olakšano
- otisci su geometrijski slični
- koristi se kontinuirana skala za određeno opterećenje, od najniže do najviše vrijednosti

Nedostaci Vickersove metode:

- rezultati su ovisni o sili ispitivanja (npr.kod tvrdih materijala ili malih opterećenja)
- nešto sporiji i slabije primjenjiv postupak za rutinska testiranja
- potrebna je pažljiva priprema uzorka (polirani uzorci)
- mjerenje dijagonale ovisi o operateru, pa je moguća ljudska pogreška

4. MATEMATIČKI MODELI ZA ANALIZU

Istraživanja pokazuju da tvrdoća obično ovisi o opterećenju. Pri malim opterećenjima izmjerena tvrdoća se smanjuje ili povećava porastom opterećenja. Kod nekih materijala izmjerena tvrdoća se smanjuje s porastom opterećenja, što se karakterizira kao normalan utjecaj opterećenja na tvrdoću, dok se kod drugih pak vrsta materijala izmjerena tvrdoća povećava s opterećenjem, što je obrnut utjecaj opterećenja na tvrdoću, [10]. Utjecaj opterećenja na izmjerenu tvrdoću shematski prikazuje slika 18, gdje oznaka n predstavlja indeks iz jednadžbe jednog od matematičkih modela za analizu rezultata, Meyerovog zakona. Pri vrlo malim opterećenjima izmjerena ili „prividna“ tvrdoća je funkcija primijenjenog opterećenja, dok pri visokim iznosima opterećenja, gdje nema utjecaja opterećenja, tvrdoća ima konstantnu vrijednost. Izmjerena tvrdoća, koja ne ovisi o opterećenju, odnosi se na stvarnu tvrdoću. Kod obrnutog utjecaja opterećenja na tvrdoću, „stvarna“ tvrdoća je veća od „prividne“, [12]. Utjecaj veličine opterećenja na izmjerenu tvrdoću zamijećen je kod metalnih, polimernih i keramičkih materijala, te kod anorganskog stakla, [10].



Slika 18. Prikaz utjecaja opterećenja na izmjerenu tvrdoću [10]

Za efekt utjecaja opterećenja na izmjerenu tvrdoću postoji više objašnjenja. Najčešća se odnose na pogreške koje proizlaze iz omjera elastične i plastične deformacije tijekom nastajanja otiska, sprječavanja gibanja dislokacija, granica zrna, kao i elastičnih pomaka nakon rasterećenja, otvrdnjavanje tijekom utiskivanja, optičku rezoluciju leća koje se upotrebljavaju, te pojavu zaostalih napetosti na površini uzorka kao posljedica brušenja i poliranja prije mjerenja tvrdoće, [10].

Za kvantitativno određivanje utjecaja opterećenja na izmjerenu tvrdoću koristi se nekoliko empirijskih i semi-empirijskih jednažbi, kao što su Meyerov zakon, model otpornosti razmjerni svojstvima uzorka (PSR - proportional specimen resistance), modificirani model otpornosti razmjerni svojstvima uzorka (MPSR - modified proportional specimen resistance), Hays-Kendallov pristup itd.

4.1. Meyerov zakon

Prvi i najjednostavniji pokušaj tumačenja utjecaja opterećenja na tvrdoću je Meyerov zakon. Uobičajeno objašnjenje fenomena utjecaja opterećenja na izmjerenu tvrdoću povezano je sa strukturnim faktorom materijala. Meyer je predložio empirijsku vezu između primijenjenog opterećenja (F) i dimenzije dijagonale (d) baze piramide otisnute u materijalu Vickersovim indenterom. Meyerov zakon je prikladan za prikazivanje eksperimentalnih podataka mjerenja tvrdoće različitih vrsta materijala. Meyer pokazuje da nakon vraćanja indentora, tj. nakon rasterećenja, nastupaju različite elastične deformacije i promjene dubine utisnuća, te se ta pojava tumači glavnim uzročnikom ovisnosti iznosa tvrdoće o vrsti materijala i visini opterećenja u svrhu mjerenja tvrdoće. Vrijednosti Meyerova indeksa, n kreću se u rasponu od 1,5 do 2,0 i najveću vrijednost kod metala ima kod mekožarenih materijala, a opada s porastom hladnog očvršnuća. Kod normalnog

utjecaja opterećenja na tvrdoću $n < 2$, dok je kod obrnutog utjecaja $n > 2$. Kada je $n = 2$, primijenjeno opterećenje ne utječe na tvrdoću, [13] .

Meyerov izraz glasi:

$$F = Kd^n \quad (2)$$

gdje je :

F – primijenjena sila u njutnima, N

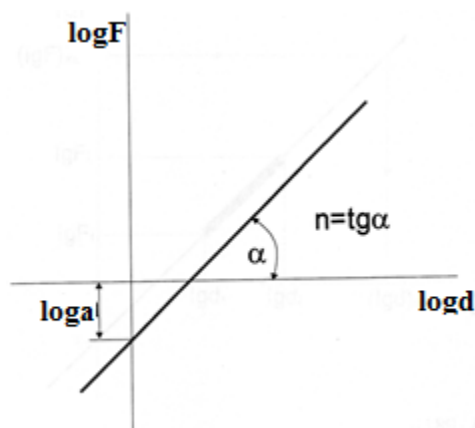
K – konstanta za pojedini materijal, $N\ mm^{-n}$

n – Meyerov broj ili indeks

Logaritmiranjem jednadžbe Meyerovog zakona dobiva se :

$$\log F = \log K + n \cdot \log d \quad (3)$$

što omogućuje da se u koordinatnom sustavu $F=f(d)$ prikazanom u logaritamskom mjerilu, ova ovisnost prikaže linearno, tj. kao Meyerov pravac (slika 19.). Nagib pravca je vrijednost Meyerovog broja n , a odsječak na osi ordinata predstavlja $\log K$.

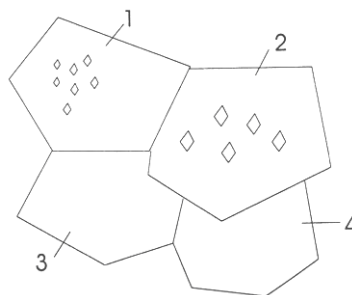


Slika 19. Linearna ovisnost $\text{Log}F=f(\text{log}d)$ [14]

Ako treba odrediti tvrdoću nekog konstituenta (npr. ferita, karbida, itd.) ne bi trebalo mjeriti i kvantificirati tvrdoće izmjerene malim opterećenjima, jer za njih uvijek vrijedi da je $HV = \text{const.}$ uz promjenu opterećenja F . Mjerenjem tvrdoće većim opterećenjima (npr. sa $F > 20 \text{ N}$) nije moguće obuhvatiti samo jedno zrno, a obuhvaćanje većeg broja zrna daje vrijednosti tvrdoća različite od tvrdoće jednog zrna u njegovoj jezgri (utjecaj drugih konstituenata, npr. perlita u niskougličnom čeliku, utjecaj granica zrna u monofaznom feritnom čeliku itd.), [14].

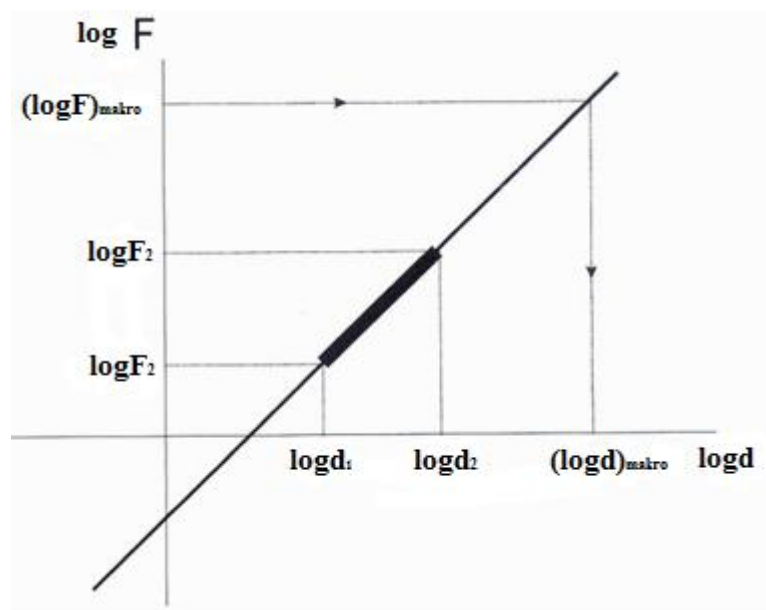
Zbog toga je potrebno postupati na sljedeći način:

1. izmjeriti dijagonalu utisnuća jednog zrna s opterećenjem F_1 , drugog zrna s opterećenjem $F_2 \neq F_1$, itd. (slika 20.).



Slika 20. Mjerenje utisnuća istih konstituenata pri različitim opterećenjima [14]

2. u dijagram $\log F = f(\log d)$ (slika 21.) unijeti te razlike (za barem dva zrna) po shemi.



Slika 21. Linearna regresijska analiza [14]

Iz očitnog $(\log d)_{\text{makro}}$ potrebno je izračunati $(d)_{\text{makro}}$, a iz njega $(HV)_{\text{makro}}$ prema izrazu (1):

$$(HV)_{\text{makro}} = \frac{0,1891 F_{\text{makro}}}{(d)_{\text{makro}}^2} \quad (4)$$

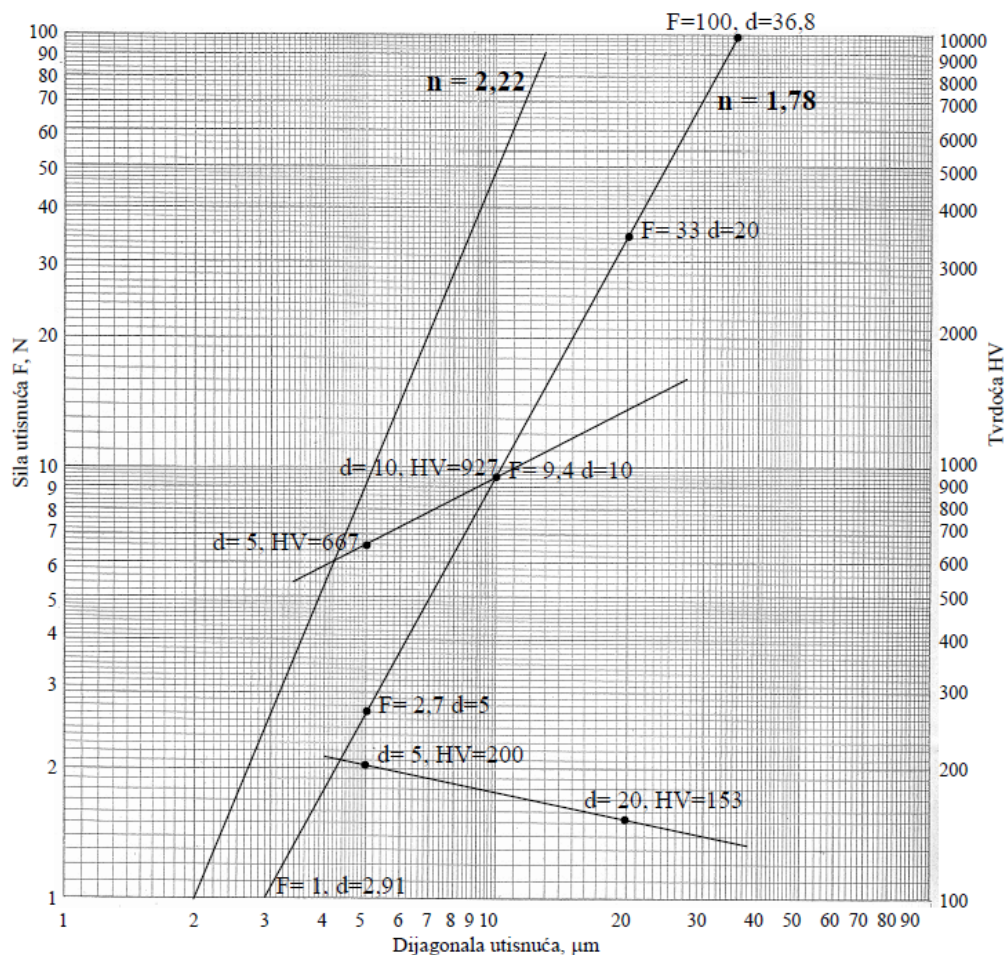
Kod mjerenja dijagonale utisnuća potrebno je voditi računa o činjenici da što je manja sila opterećenja, to je veća pogreška mjerenja. Što su dimenzije utisnuća manje, to su i očitavanja veličina dijagonala sve manje sigurna (naročito u slučaju $n < 2$).

Izvori mogućih pogrešaka mjerenja su:

- 1) tvrdomjer
- 2) penetrator,
- 3) vibracije,
- 4) ostali izvori pogrešaka (brzina spuštanja penetratora, trajanje opterećenja i sl.)
- 5) mjeriteljevo oko sa svim svojim nepravilnostima, [14].

Konstrukcija Meyerovog pravca

Daljnje proširenje primjene Meyerova zakona je konstrukcija pravca tvrdoće.



Slika 22. Konstrukcija pravca tvrdoće [14]

Iz eksperimentalno dobivenog Meyerovog pravca (npr. s izračunatim $n=1,78$) za utisnuće (npr. $d=5,0 \mu\text{m}$) očitava se potrebna sila (očitano: 2,7 N) i iz tih podataka izračunava se HV_μ :

Iz jednačbe $HV_\mu = \frac{189,1 \cdot F}{d^2}$ izračunavaju se iznosi dviju tvrdoća na osnovi dva podatka za dvije različite dijagonale utisnuća d (μm).

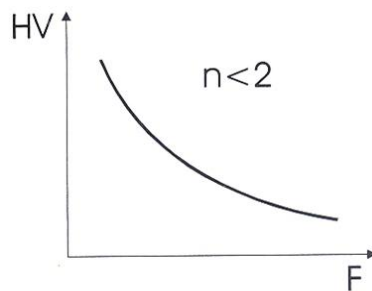
U dijagram $\log F = f(\log d)$ ucrtava se desna ordinata $\log HV$ (slika 22.), a može se crtati i posebni dijagram $\log HV = f(\log d)$, [14].

$$HV_\mu = \frac{189,1 \cdot 2,7}{5,0^2} = 200 \quad (5)$$

Iz očitnog, npr. $d=20,0\text{ }\mu\text{m}$, što će izazvati sila $F=33$ slijedi:

$$HV_{\mu} = \frac{189,1 \cdot 33}{20,0^2} = 153 \quad (6)$$

Za $n < 2$ dobiju se tako 2 točke $HV_{\mu}=f(d)$, koje će spojene dati padajuću dužinu, odnosno što se ekstrapolirano pretvara u padajući pravac. U dijagramu s linearnim mjerilima bio bi to slučaj kao na slici 23.



Slika 23. Funkcijska ovisnost $HV_{\mu}=f(d)$ za $n<2$ [14]

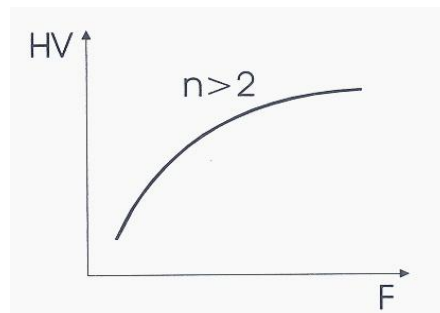
Za pravac na slici 23. s izračunatim $n=2,22$ (dakle, $n>2$) vrijedilo bi: npr. za $d=5,0\text{ }\mu\text{m}$, što izaziva sila $F=9,0$ p izračunati HV_{μ} je:

$$HV_{\mu} = \frac{189,1 \cdot 9}{5,0^2} = 667 \quad (7)$$

Iz očitnog npr. $d=10,0\text{ }\mu\text{m}$, što će izazvati sila $F=50$ slijedi:

$$HV_{\mu} = \frac{189,1 \cdot 50}{10,0^2} = 927 \quad (8)$$

Za $n > 2$ dobiju se tako dvije točke $HV_{\mu}=f(d)$, koje će spojene dati rastuću dužinu, odnosno što se ekstrapolirano pretvara u rastući pravac (slika 24).



Slika 24. Funkcijska ovisnost $HV_{\mu}=f(d)$ za $n>2$ [14]

4.2. Model otpornosti razmjernan svojstvima uzorka (PSR)

Iako je Meyerov zakon dobar pokazatelj prisutnosti utjecaja veličine opterećenja na izmjerenu tvrdoću, ne može ukazati na razlog njegova nastanka. Osim toga, istraživanja su pokazala da pri mjerenju mikrotvrdoće kada je prisutan obrnut utjecaj opterećenja na tvrdoću tj. tvrdoća raste s porastom primijenjenog opterećenja, na ispitivanom materijalu ne dolazi do elastičnog povrata, već se javlja relaksacija i oslobađanje naprezanja nastalog utiskivanjem, [13]. U tim se slučajevima u opisivanju utjecaja opterećenja na tvrdoću primjenjuje i model otpornosti razmjernan svojstvima uzorka, PSR (proportional specimen resistance), kojeg su razvili Li i Bradt, a temelji na pretpostavci energetske bilance [12]. Prema njima, otpornost uzorka tijekom utiskivanja indentora nije konstantna, već se povećava povećanjem opterećenja. Primijenjeno opterećenje je povezano s prosječnom dužinom utisnute dijagonale polinomnom vezom:

$$F = a_1 d + a_2 d^2 \quad (9)$$

Što se može transformirati u:

$$\frac{F}{d} = a_1 + a_2 d \quad (10)$$

gdje je:

a_1 – koeficijent vezan uz prividnu tvrdoću (elastičnost), Nmm^{-1} .

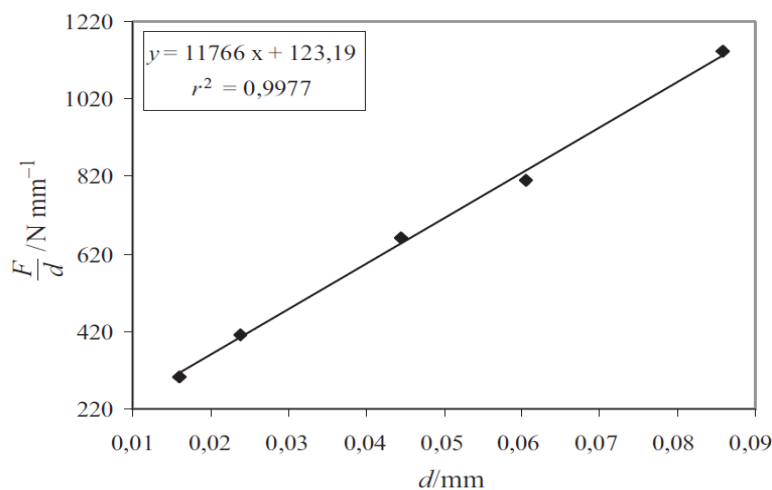
a_2 – koeficijent vezan uz „stvarnu” tvrdoću (plastičnost), Nmm^{-2} .

Parametri a_1 i a_2 su konstante za zadani materijal i odnose se na elastične i plastične deformacije ispitivanog materijala. Parametar a_1 je mjera površinskih efekata tijekom mjerenja mikrotvrdoće (utiskivanja indentora) što je direktno vezano za doprinos utjecaja opterećenja na izmjerenu tvrdoću, dok se parametar a_2 odnosi na iznos tvrdoće bez utjecaja veličine opterećenja.

Na primjeru mjerenja tvrdoće silicij karbidne keramike, prema [10], vrijednosti parametra a_1 i a_2 iz jednadžbe (10) dobivene su linearnom regresijskom analizom ovisnosti F/d o d , gdje je vrijednost a_2 nagib pravca, a vrijednost a_1 je odsječak pravca na ordinati (slika 25, tablica.3). Izračunata vrijednost koeficijenta korelacije ($r^2 = 0,9977$) ukazuje na to da je model otpornosti razmjeran svojstvima uzorka prikladan za opisivanje utjecaja opterećenja na izmjerenu tvrdoću.

Tablica 3. Rezultati regresijske analize prema modelu PSR za uzorak SiC keramike [10]

Uzorak	a_1 [Nmm ⁻¹]	a_2 [Nmm ⁻²]	Koeficijent korelacije, r^2
SiC keramika	123, 19	11766	0,9977



Slika 25. Vrijednosti Vickersove tvrdoće prema modelu PSR (uzorak: keramika SiC) [10]

4.3. Modificirani model otpornosti razmjeran svojstvima uzorka (MPSR)

Gong i suradnici modificirali su model otpornosti razmjernan svojstvima uzorka (PSR) kako bi bio prikladan za primjenu kod različitih vrsta materijala za istraživanje ponašanja utjecaja opterećenja pri mjerenju mikrotvrdoće. U obzir su uzeli utjecaj strojne obrade (brušenje i poliranje) te pojavu zaostalih napetosti na površini uzorka, [10]. Jednadžba modela MPSR (modified proportional specimen resistance) glasi:

$$F = a_0 + a_1 d + a_2 d^2 \quad (11)$$

gdje je:

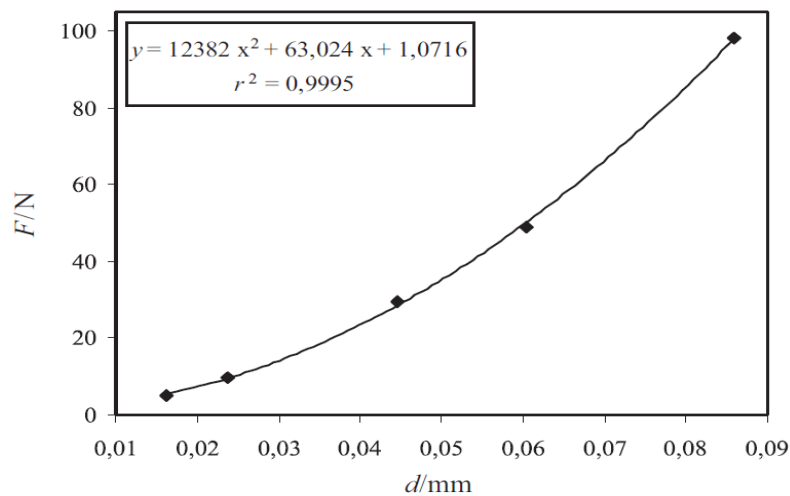
a_0 - konstanta koja se odnosi na zaostale površinske napetosti nastale zbog brušenja i poliranja uzorka, N

a_1 i a_2 su isti kao i kod metode PSR

Vrijednosti parametara dobit će se polinomnom regresijskom analizom prema jednadžbi (11). Kao primjer su u tablici 4. i na slici 26. prikazani rezultati tvrdoće za SiC keramiku prema modelu MPSR, prema [10]. Izračunata vrijednost koeficijenta korelacije $r^2 = 0,9995$ pokazuje da je ovaj model također prikladan za opisivanje utjecaja opterećenja na izmjerenu tvrdoću.

Tablica 4. Parametri a_0 , a_1 i a_2 prema MPSR [10]

Uzorak	a_0 [N]	a_1 [Nmm ⁻¹]	a_2 [Nmm ⁻²]	Koeficijent korelacije, r^2
SiC keramika	1,0716	63,024	12382	0,9995



Slika 26. Grafički prikaz ovisnosti F o d za uzorak SiC prema modelu MPSR [10]

- Energetska bilanca

Fizikalno značenje koeficijenata iz jednažbi modela PRS i MPSR, jednažbi (10) i (11), može se objasniti analizom jednažbe za izračun tvrdoće (13). Tako se vrijednost koeficijenta a_2 može izraziti kao :

$$a_2 = HV_T / 0,1981 \quad (12)$$

Gdje je HV_T „stvarna“ tvrdoća ispitanog uzorka, koja ne ovisi o opterećenju, već o veličini i obliku otiska, [13].

Također se iz jednažbi (1) i (8) može vidjeti što čini razliku između HV_T i izmjerene tvrdoće HV :

$$\Delta HV = HV - HV_T = 0,1891 \left(\frac{a_0}{d^2} + \frac{a_1}{d} \right) \quad (13)$$

Gdje je:

HV - izmjerena ili „prividna“ tvrdoća po Vickersu

HV_T – „stvarna“ tvrdoća

ΔHV – razlika između izmjerene i stvarne tvrdoće

5. EKSPERIMENTALNI DIO

5.1. Materijal za ispitivanje

Uzorci za ispitivanje izrezani su iz valjane ploče standardnog dupleks čelika 1.4462 (X2CrNiMoN 22 5 3).

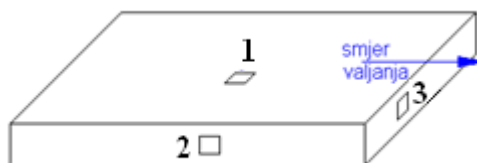
Analiza kemijskog sastava ispitanog materijala provedena je u Kemijskom laboratoriju Zavoda za materijale Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu, na uređaju SPECTRUMAT-750 GDS (Glow Discharge Spectrometer). Udio dušika izmjeren je na analizatoru LECO TC-436 metodom spaljivanja uzorka u struji helija. U tablici 5. prikazani su rezultati kemijske analize.

Tablica 5. Kemijski sastav ispitanog materijala iskazan masenim udjelom, %.

w, %									
C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	N*	Fe
0,024	0,26	1,62	0,027	–	22,78	3,00	5,27	0,156	ostatak

*izmjereno na uređaju SPECTRUMAT-750 GDS

Položaj uzoraka s obzirom na smjer valjanja ploče prikazan je na slici 27. Izrezana su tri uzorka a svaki predstavlja jedan karakterističan smjer s obzirom na smjer valjanja. Uzorak 1 predstavlja površinu paralelnu s površinom ploče, uzorak 2 je površina okomita na površinu ploče i paralelna sa smjerom valjanja, a uzorak 3 je površina okomita na smjer valjanja.



Slika 27. Položaj ispitnih uzoraka s obzirom na smjer valjanja ploče:

1. u smjeru valjanja, paralelno s površinom
2. paralelno sa smjerom valjanja, okomito na površinu
3. poprečno na smjer valjanja

Izrezani uzorci su zaliveni u polimernu masu i metalografski pripremljeni – brušeni i polirani. Mjerenje tvrdoće provedeno je na poliranoj površini uzoraka. Na istim uzorcima provedena je kvalitativna i kvantitativna analiza mikrostrukture.

5.2. Mjerenje tvrdoće

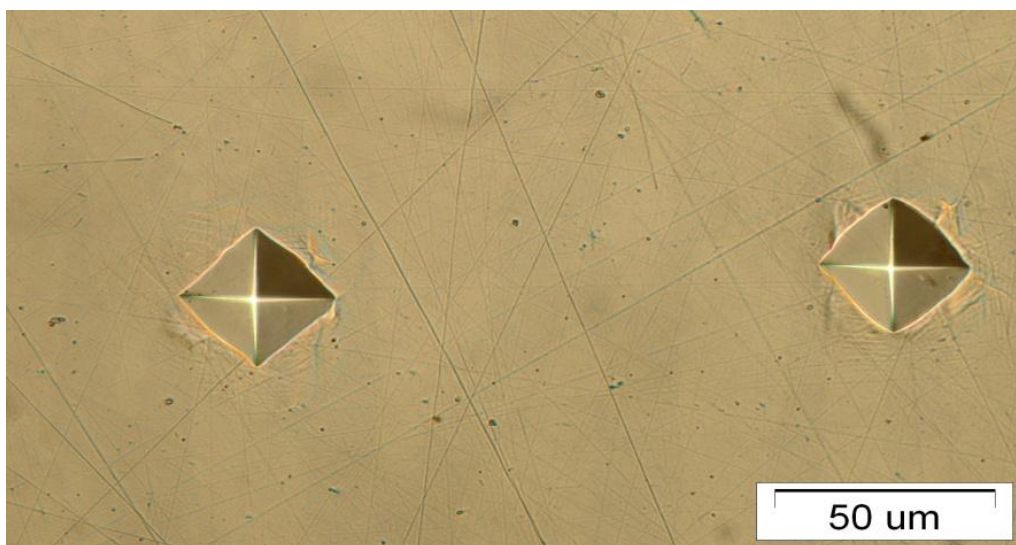
Mjerenje tvrdoće provedeno je metodom po Vickersu na tvrdomjeru Instron Wolpert Tukon 2100B na Zavodu za materijale Fakulteta strojarstva i brodogradnje. Tvrdomjer (slika 28.) je elektromehanički instrument za mjerenje tvrdoće po Vickersovoj ili Knoopovoj metodi sa širokim rasponom opterećenja i mogućnosti mjerenja tvrdoća od $HV0,01$ pa do $HV30$. Mjerenje se sastoji iz dva dijela: prvo se pomoću poznatog i fiksnog iznosa sile i utiskuje na površinu ispitivanog uzorka dijamantni indenter u obliku četverostrane piramide uzrokujući otisak na površini uzorka, nakon toga se mjere dužine dijagonala otiska koje softver pretvara u iznose tvrdoće prema Vickersovoj ljestvici.



Slika 28. Tvrdomjer Instron Wolpert Tukon 2100B [15]

Tvrdoća je izmjerena pri pet različitih opterećenja: 9,81 N ($HV1$), 4,90 N ($HV0,5$), 1,96 N ($HV0,2$), 0,981 N ($HV0,1$) i 0,4905 N ($HV0,05$). Da bi se dobili statistički relevantni podaci, napravljeno je 20 mjerenja za svako opterećenje. Tvrdoća je izmjerena na poliranim uzorcima. Na slici 29. prikazani su otisci indentora na površini jednog uzorka.

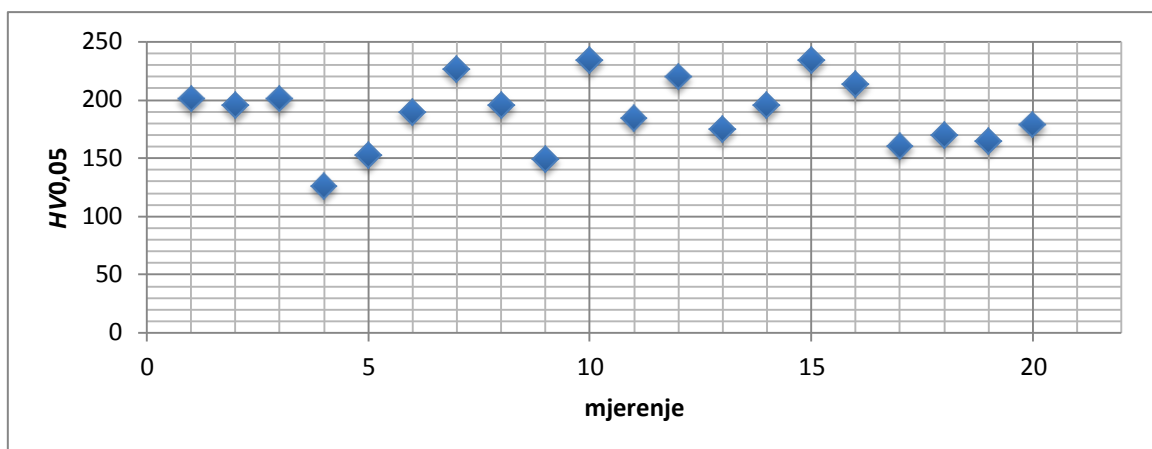
Dobiveni rezultati prikazani su u Prilogu, a u tablici 6. navedene su srednje vrijednosti tvrdoće za sve uzorke i sva opterećenja sa standardnim odstupanjima. Slike 30.-34. prikazuju rezultate mjerenja za uzorak 1, na slikama 35.-39. su rezultati za uzorak 2, a na slikama 40.-44. za uzorak 3.



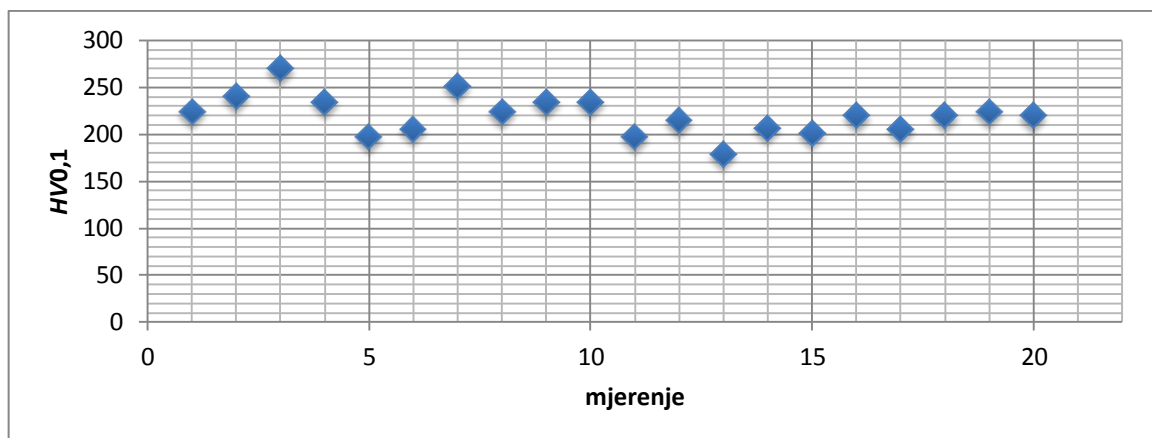
Slika 29. **Otisak indentora na uzorku ($HV_{0,2}$)**

Tablica 6. **Srednje vrijednosti tvrdoće za sva tri uzorka i sva opterećenja**

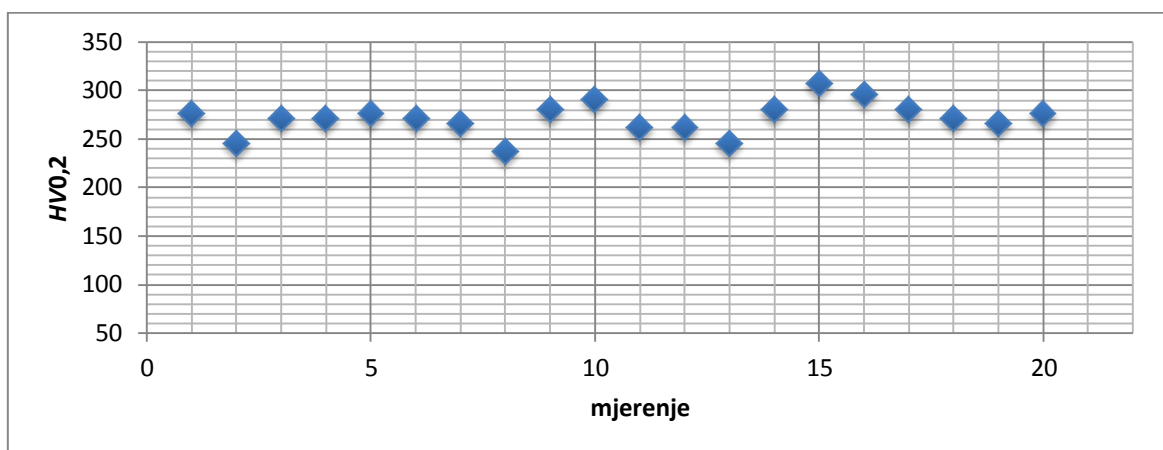
	$HV_{0,05}$	$HV_{0,1}$	$HV_{0,2}$	$HV_{0,5}$	HV_1
UZORAK 1	$187,98 \pm 29,37$	$219,89 \pm 20,73$	$271,53 \pm 16,63$	$319,10 \pm 14,03$	$317,70 \pm 12,81$
UZORAK 2	$143,66 \pm 17,91$	$198,15 \pm 17,1$	$216,56 \pm 12,83$	$246,5 \pm 7,44$	$247,8 \pm 7,15$
UZORAK 3	$180,10 \pm 19,68$	$208,48 \pm 16,66$	$229,12 \pm 10,85$	$244,65 \pm 5,20$	$243,35 \pm 3,25$

UZORAK 1

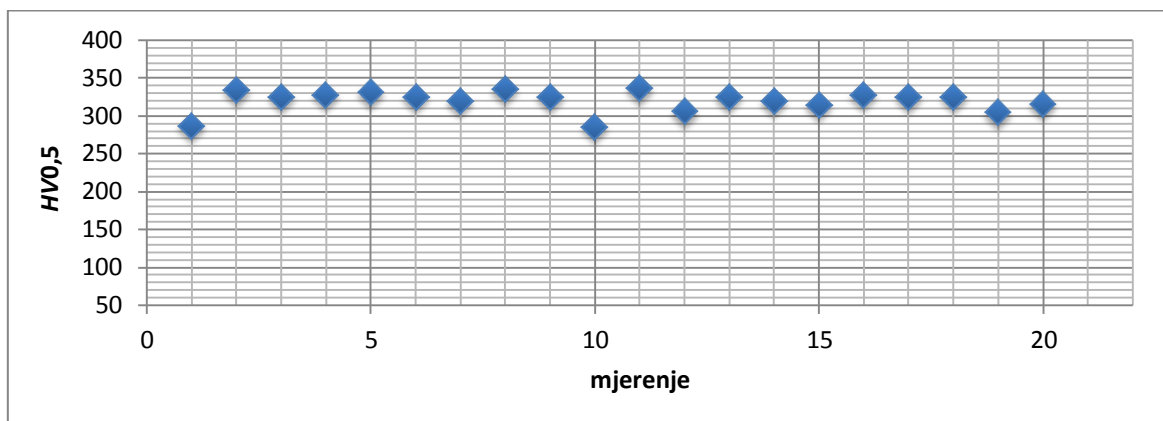
Slika 30. Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,05 za uzorak 1



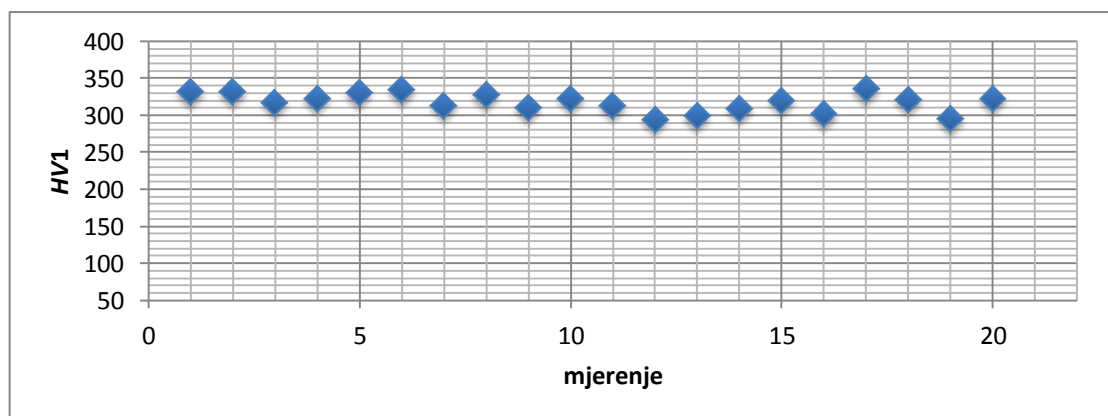
Slika 31. Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,1 za uzorak 1



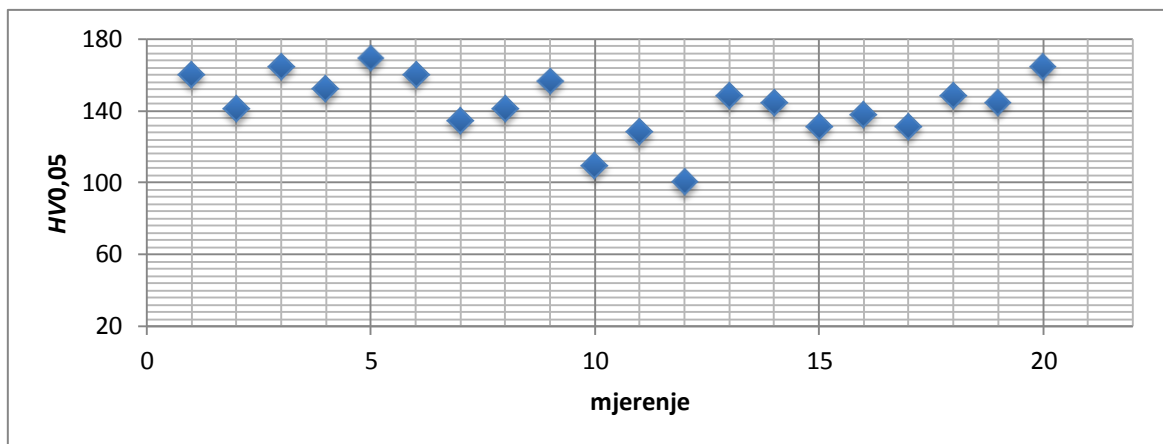
Slika 32. Rezultati mjerenja mikrotvrdoće $HV_{0,2}$ za uzorak



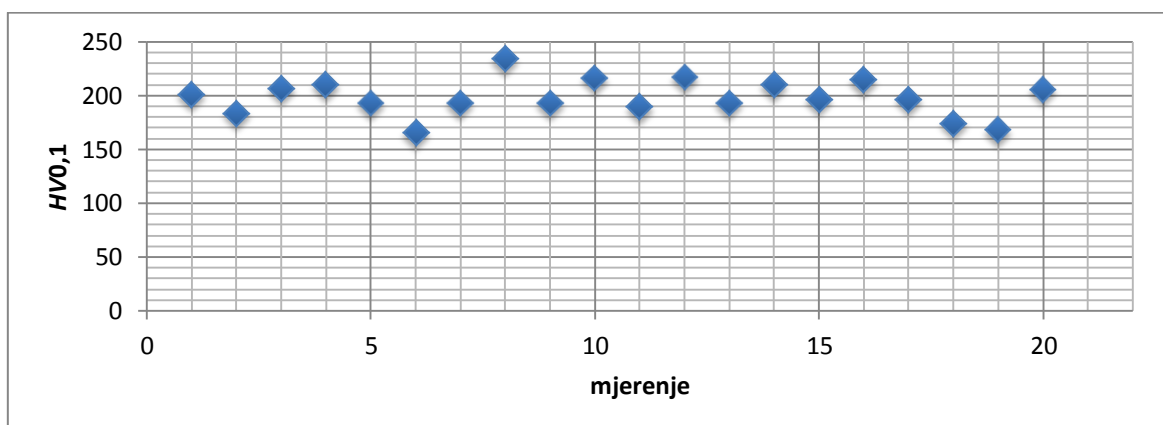
Slika 33. Rezultati mjerenja tvrdoće $HV_{0,5}$ za uzorak 1



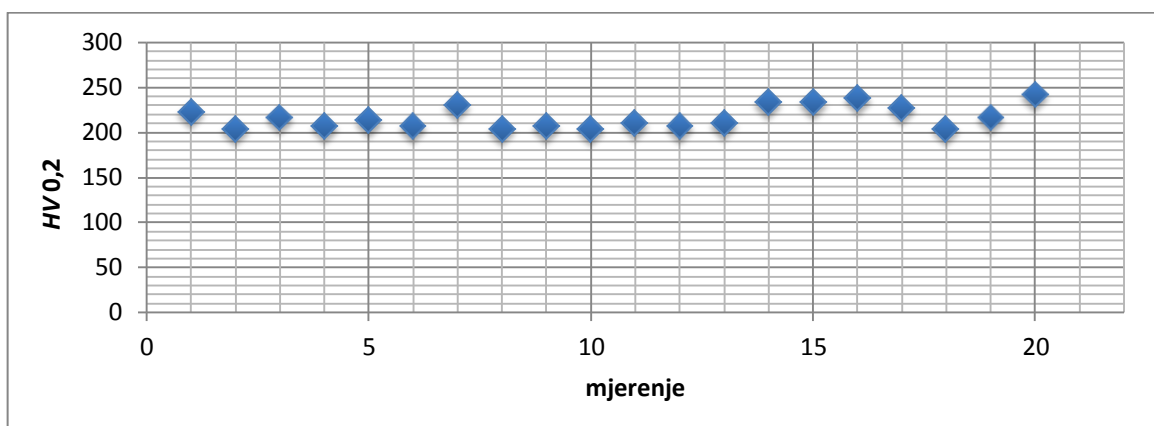
Slika 34. Rezultati mjerenja tvrdoće HV_1 za uzorak 1

UZORAK 2

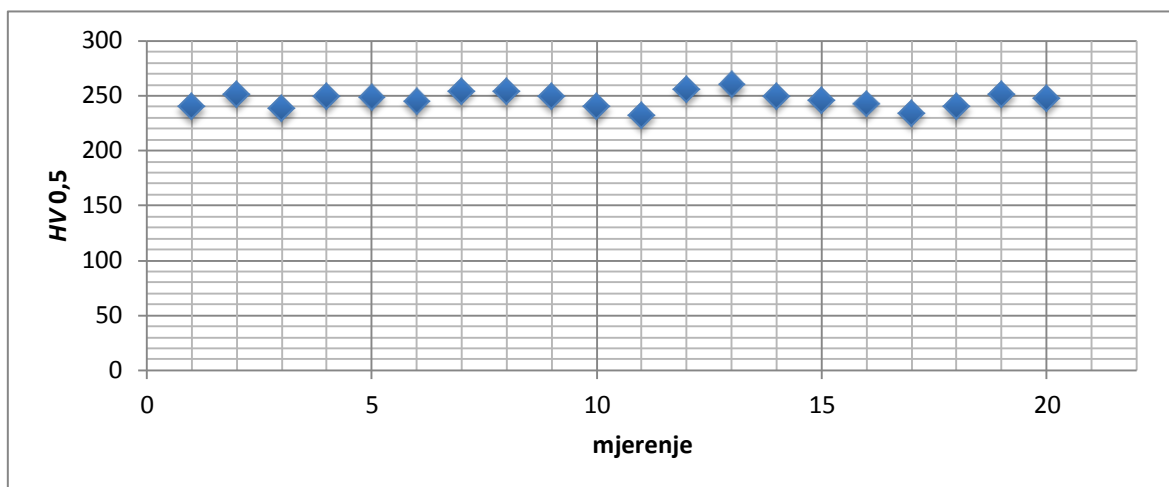
Slika 35. Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,05 za uzorak 2



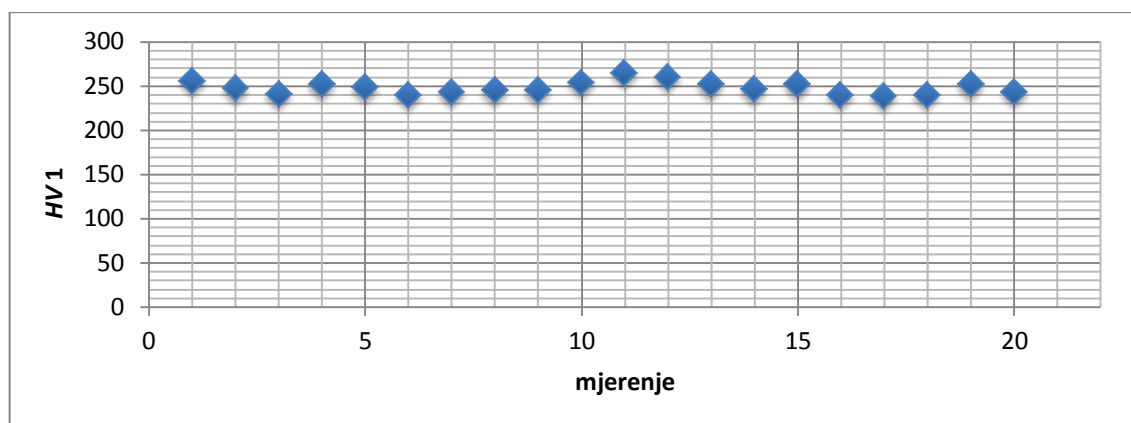
Slika 36. Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,1 za uzorak 2



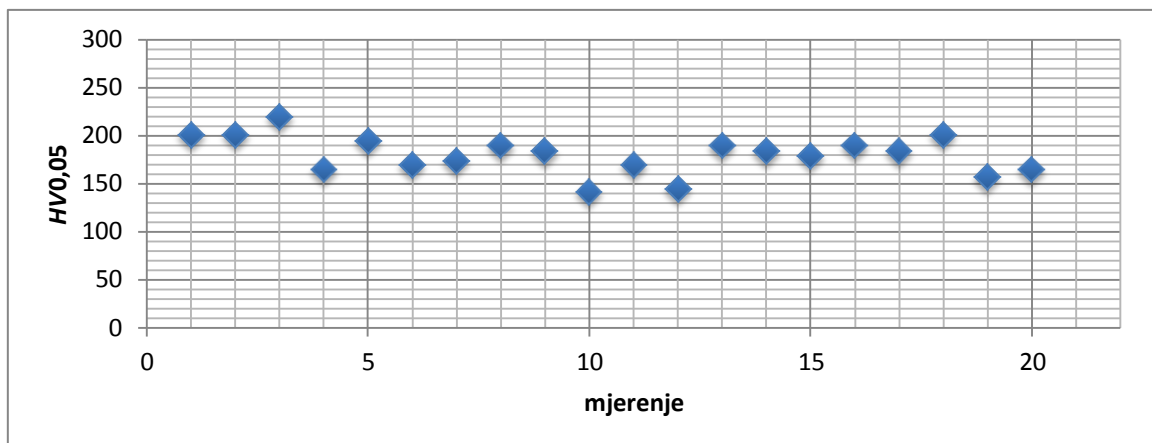
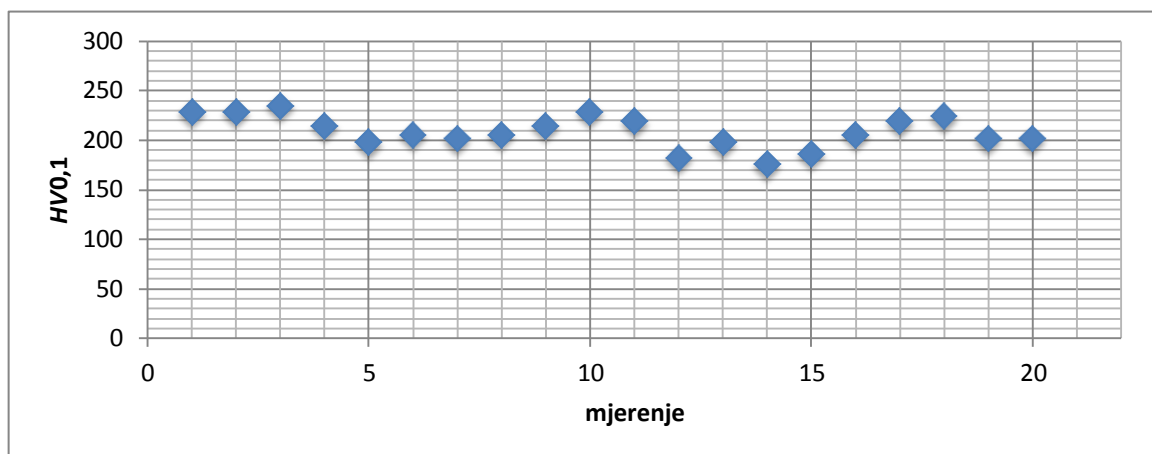
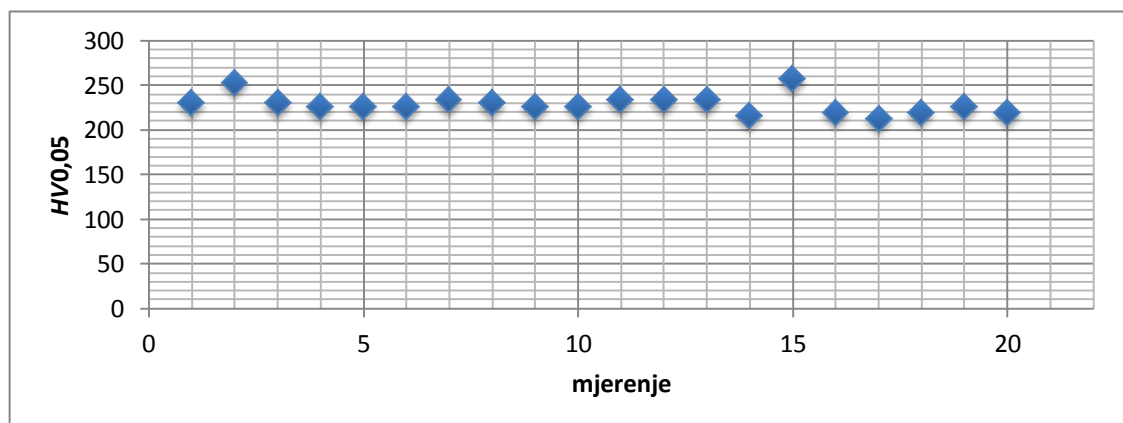
Slika 37. Rezultati mjerenja mikrotvrdoće HV0,2 za uzorak 2

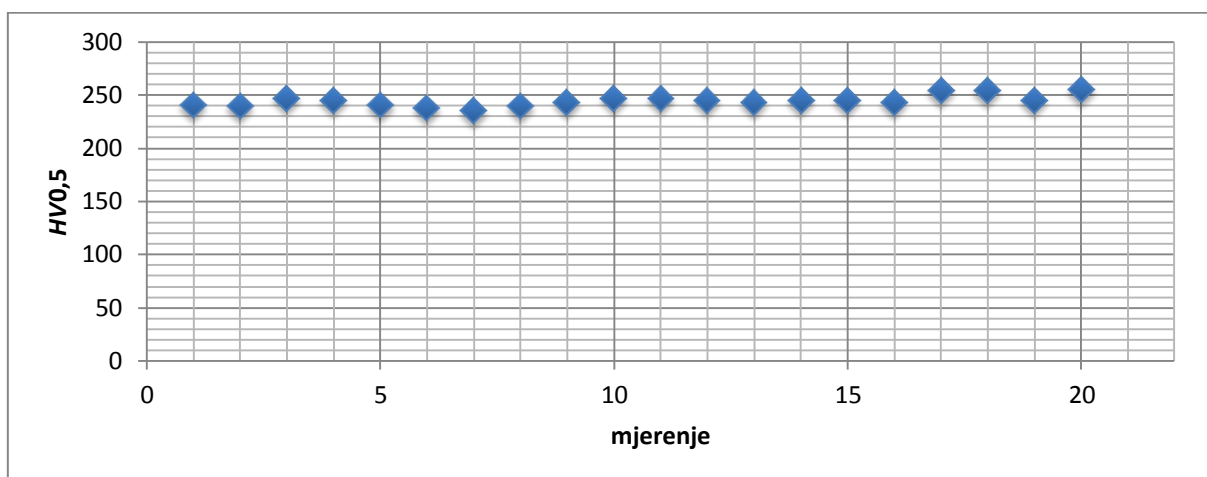


Slika 38. Rezultati mjerenja tvrdoće HV0,5 za uzorak 2

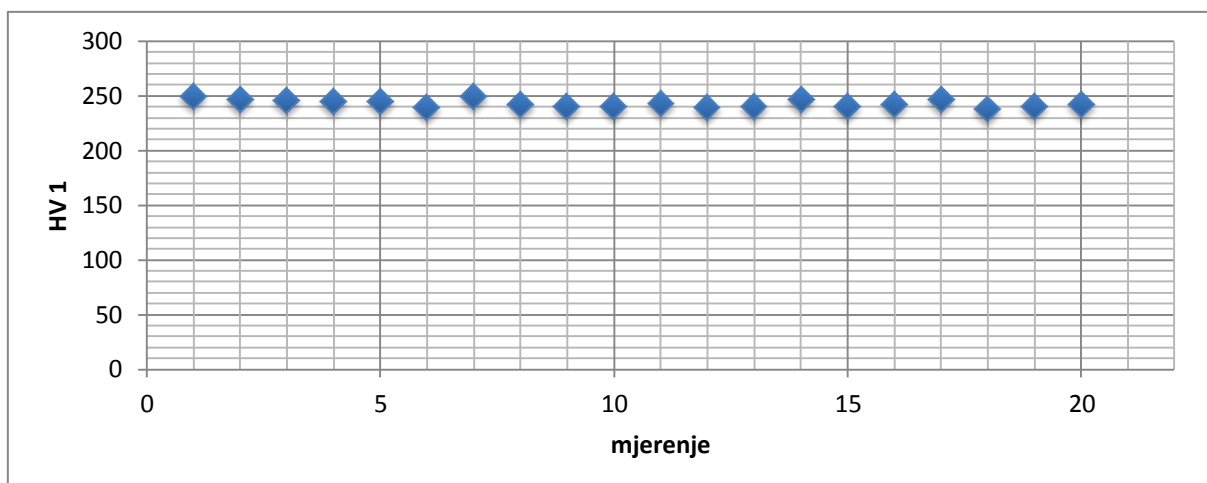


Slika 39. Rezultati mjerenja tvrdoće HV1 za uzorak 2

UZORAK3**Slika 40. Rezultati mjerenja tvrdoće HV0,05 za uzorak 3****Slika 41. Rezultati mjerenja tvrdoće HV0,1 za uzorak 3****Slika 42. Rezultat mjerenja tvrdoće HV0,2 za uzorak 3**



Slika 43. Rezultati mjerenja tvrdoće *HV0,5* za uzorak 3



Slika 44. Rezultati mjerenja tvrdoće *HV1* za uzorak 3

5.3. Analiza rezultata

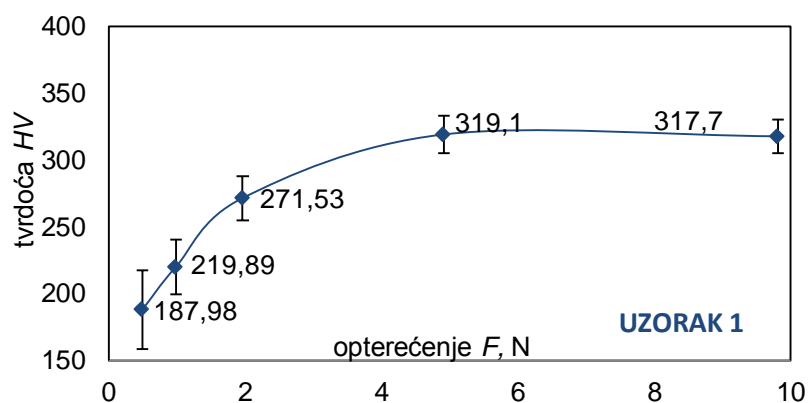
5.3.1. Utjecaj opterećenja na rezultate mjerenja tvrdoće

Kako bi se bolje utvrdio utjecaj opterećenja na rezultate mjerenje tvrdoće napravljeni su grafovi za sva tri uzorka koji pokazuju srednje tvrdoće za svako primijenjeno opterećenje, a prikazani su na slikama 45, 46. i 47. Iz njih je vidljivo da je kod sva tri uzorka prisutno povećanje tvrdoće s povećanjem sile utiskivanja, što se u literaturi opisuje kao *obrnut utjecaj opterećenja* na izmjerenu tvrdoću.

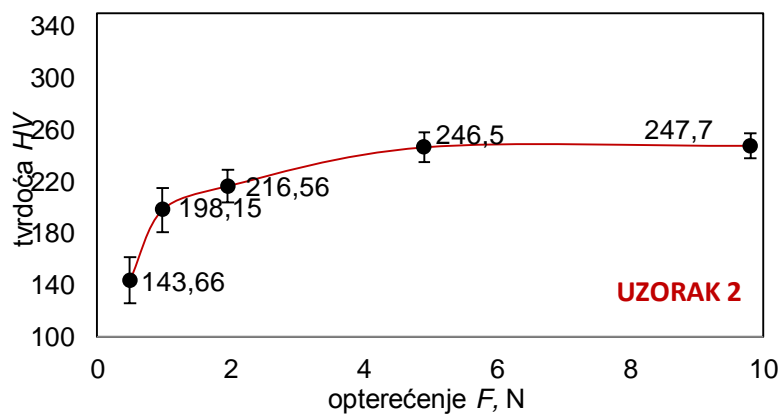
Trend porasta tvrdoće s povećanjem opterećenja jasno je vidljiv do opterećenja od 4,905 N ($HV_{0,5}$). Daljnjim povećanjem opterećenja (HV_1) iznos tvrdoće se bitnije ne mijenja. To je posebno vidljivo na slikama 45. i 47. (uzorci 1 i 3), gdje krivulja ovisnosti tvrdoće o opterećenju nakon 4,905 N ($HV_{0,5}$) nema trend rasta. Iz toga se može zaključiti da veća opterećenja nemaju utjecaj na izmjerenu tvrdoću.

Na istim grafovima je prikazano i rasipanje rezultata mjerenja za sva opterećenja, a ono je kod sva tri uzorka veće što je primijenjeno opterećenje manje.

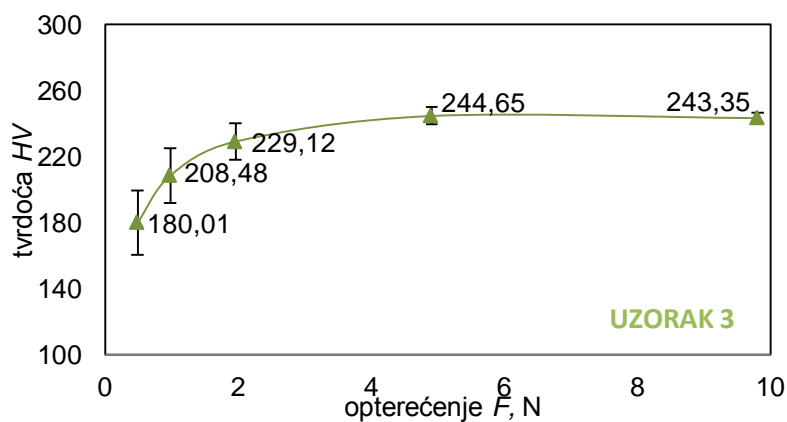
Ovisnost izmjerene tvrdoće o primijenjenom opterećenju za sva tri ispitna uzorka prikazana je na slici 48.



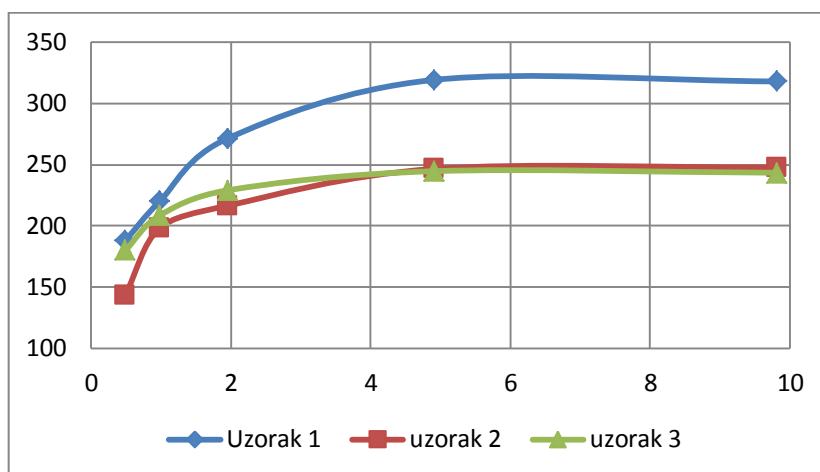
Slika 45. Ovisnost vrijednosti tvrdoće o primijenjenom opterećenju za uzorak 1



Slika 46. Ovisnost vrijednosti tvrdoće o primijenjenom opterećenju za uzorak 2



Slika 47. Ovisnost vrijednosti tvrdoće o primijenjenom opterećenju za uzorak 3



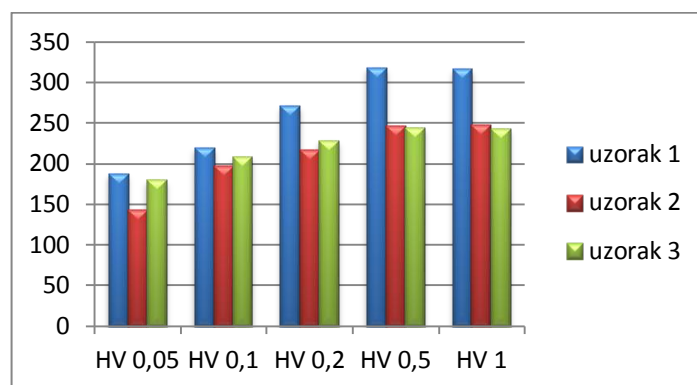
Slika 48. Ovisnost vrijednosti tvrdoće o primijenjenom opterećenju za sva tri uzorka

5.3.2. Utjecaj usmjerenosti strukture na rezultate mjerenja tvrdoće

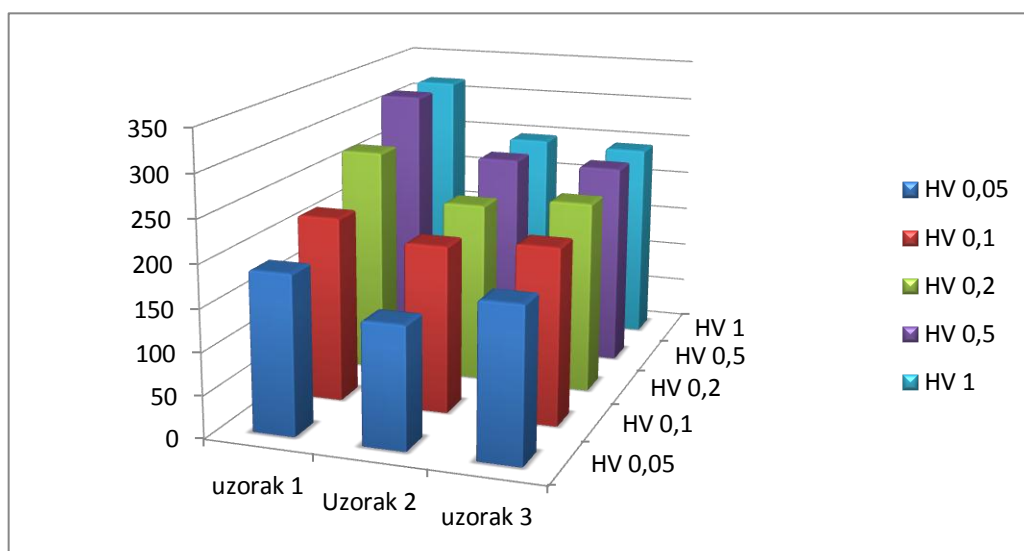
Najveći iznosi tvrdoća kod svih mjerenja dobiveni su na uzorku 1, koji predstavlja površinu paralelnu sa smjerom valjanja (slika 49. i 50.). Na uzorku 1 su ujedno utvrđena i najveća rasipanja rezultata mjerenja tvrdoće (slika 46.).

Povećanje rasipanja kod manje sile utiskivanja je posljedica malih otisaka koji, zbog svoje veličine, upadaju unutar samo jedne od faza, austenitne ili feritne. Budući da se faze međusobno razlikuju po tvrdoći, prilikom mjerenja mikrotvrdoće se dobivaju različite vrijednosti, ovisno o fazi u kojoj je penetrator utisnuo otisak

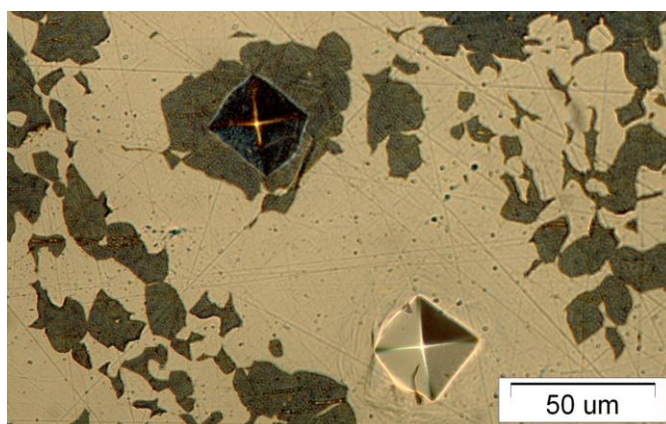
Na slikama 52, 53. i 54. prikazan je izgled mikrostrukture uzoraka 1, 2 i 3. Iz slika je vidljivo da uzorci, iako s istim volumnim udjelom ferita i austenita (približno 50%), imaju različitu mikrostrukturu s obzirom na smjer valjanja. Kao posljedica toga javljaju se razlike u tvrdoći među uzorcima. Može se dakle zaključiti da osim veličine opterećenja na rezultate mjerenja tvrdoće utječe i usmjerenost mikrostrukture.



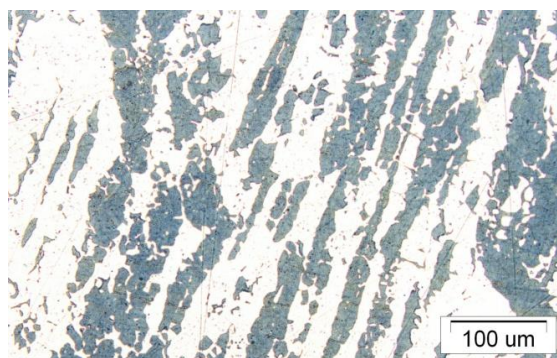
Slika 49. Usporedba tvrdoće *HV0,05*, *HV0,1*, *HV0,2*, *HV0,5* i *HV1* za uzorke 1, 2 i 3.



Slika 50. Usporedba sva tri uzorka za sve izmjerene tvrdoće



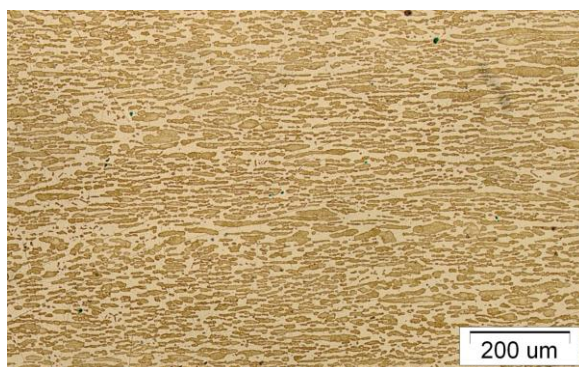
Slika.51. Otisci penetratora tvrdomjera na faze austenita i ferita



Slika 52. Mikrostruktura uzorka 1 (u smjeru valjanja, paralelno s površinom)



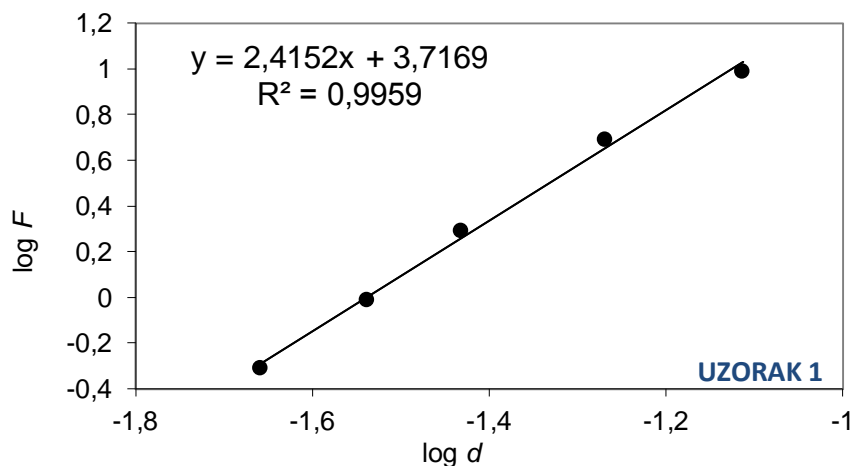
Slika 53. Mikrostruktura uzorka 2 (u smjeru valjanja, okomit na površinu)



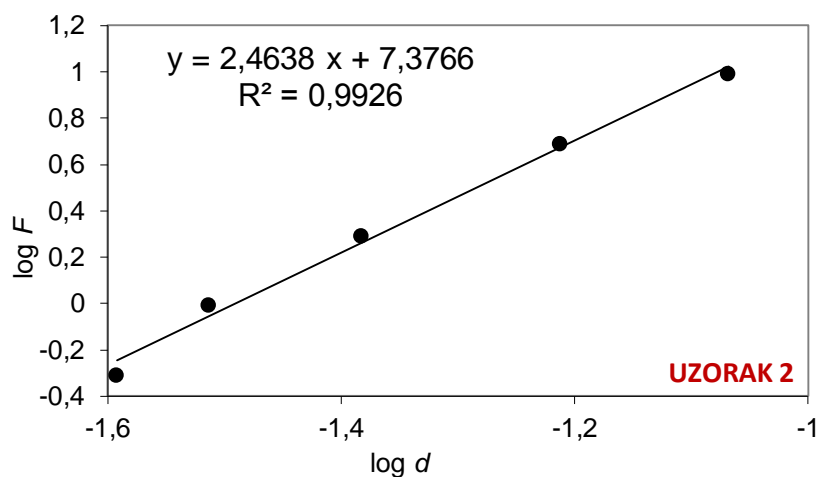
Slika 54. Mikrostruktura uzorka 3 (poprečan na smjer valjanja)

5.3.3. Primjena Meyerovog zakona

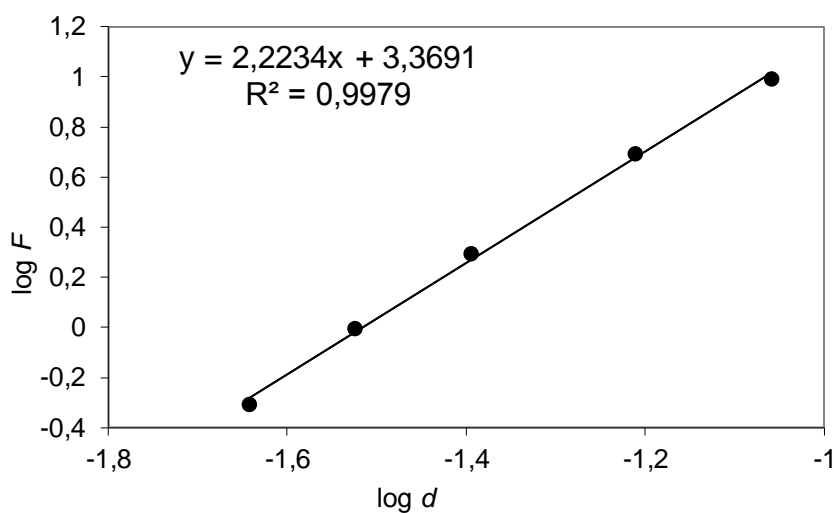
Parametri vezani uz Meyerov model, prikazan jednačbom (2), određuju se linearnom regresijom iz dijagrama ovisnosti logaritamske vrijednosti primijenjenog opterećenja F o logaritamskoj vrijednosti duljine dijagonale otiska d , što je prikazano na slikama od 55. do 57. za uzorke 1, 2 i 3. Pritom nagib pravca predstavlja vrijednost Meyerovog indeksa n , dok odsječak na ordinati predstavlja $\log K$. Budući da su vrijednosti Meyerovog indeksa n za sva tri uzorka veće od 2, što potvrđuje *obrnut utjecaj opterećenja* na tvrdoću dupleks čelika, može se zaključiti da Meyerov zakon dobro matematički opisuje ovu pojavu, a to je i potvrđeno visokim koeficijentima determinacije (tablica 7).



slika 55. Parametri Vickersove tvrdoće za uzorak 1 prema Meyerovom zakonu



Slika 56. Parametri Vickersove tvrdoće za uzorak 2 prema Meyerovom zakonu



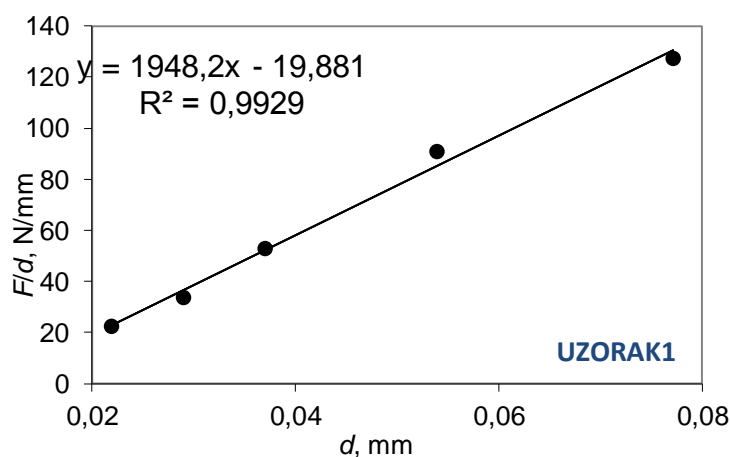
Slika 57. Parametri Vickersove tvrdoće za uzorak 3 prema Meyerovom zakonu

Tablica 7. Analiza rezultata Vickersove tvrdoće za sva 3 uzorka prema Meyerovom zakonu

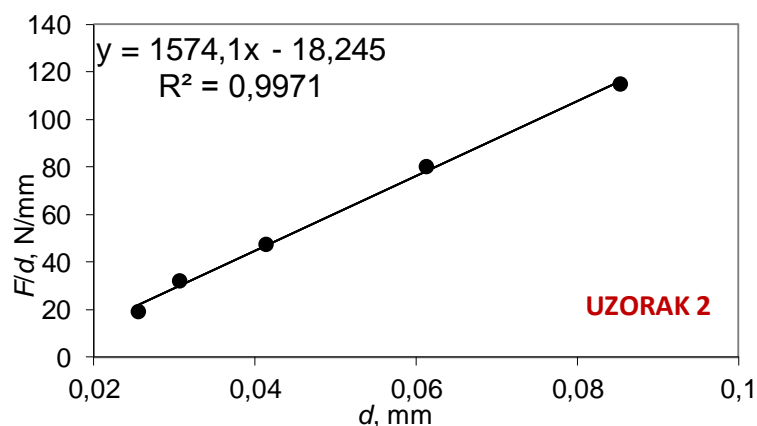
Uzorak br.	n	$\log A$	r^2
UZORAK 1	2,415	3,71	0,9991
UZORAK 2	2,464	7,3766	0,9926
UZORAK 3	2,223	3,369	0,9979

5.3.4. Primjena PSR modela

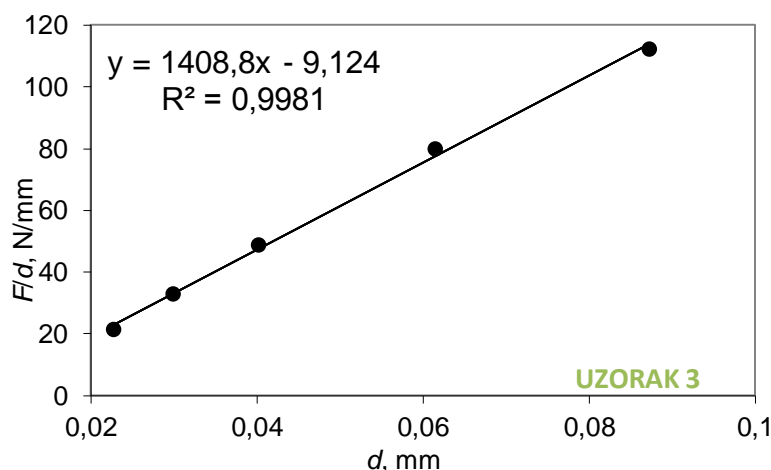
Parametri modela otpornosti razmjernog svojstvima uzorka dobiveni su linearnom regresijom iz dijagrama ovisnosti F/d o d (slike 57.-59 za uzorke 1, 2 i 3.), pri čemu nagib pravca predstavlja koeficijent a_2 , vezan uz plastičnu deformaciju, dok odsječak na ordinati predstavlja vrijednost koeficijenta a_2 , vezanog uz elastičnu deformaciju ispitnog uzorka. Korištenjem jednadžbe (12), za ovaj model je izračunata „stvarna“ Vickersova tvrdoća (HV_T) za sva tri ispitana uzorka, a rezultati su prikazani u tablici 8. I u ovom slučaju visoke vrijednosti koeficijenata determinacije pokazuju da je PSR model primjeren za opisivanje pojave utjecaja opterećenja na rezultate tvrdoće.



Slika 52. Parametri Vickersove tvrdoće za uzorak 1 prema modelu PSR



Slika 53. Parametri Vickersove tvrdoće za uzorak 2 prema modelu PSR



Slika 54. Parametri Vickersove tvrdoće za uzorak 3 prema modelu PSR

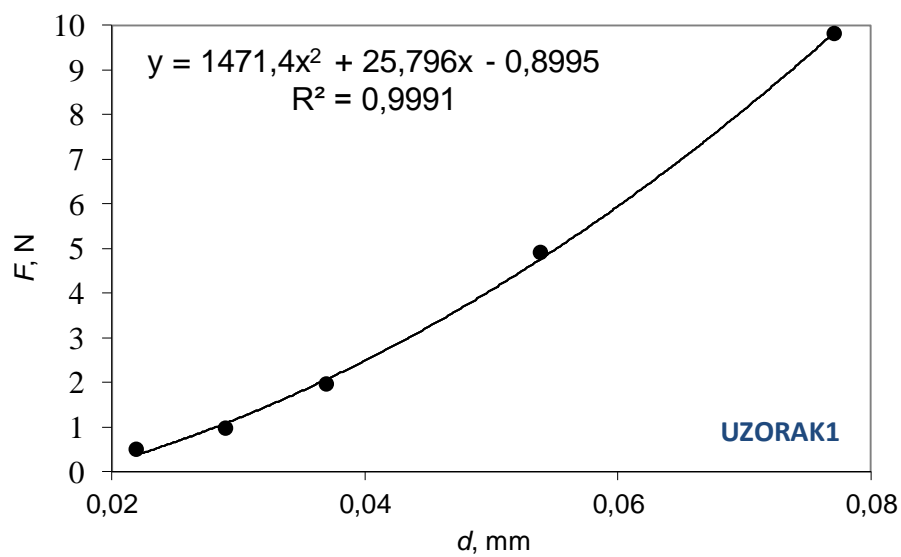
Tablica 8. Rezultati analize Vickersove tvrdoće za sva 3 uzorka prema modelu PSR

Uzorak br.	a_1	a_2	r^2	HV_T
UZORAK 1	-19,881	1948,2	0,9929	368,36
UZORAK 2	-18,245	1574	0,9971	297,64
UZORAK 3	-9,124	1408	0,9981	266,4

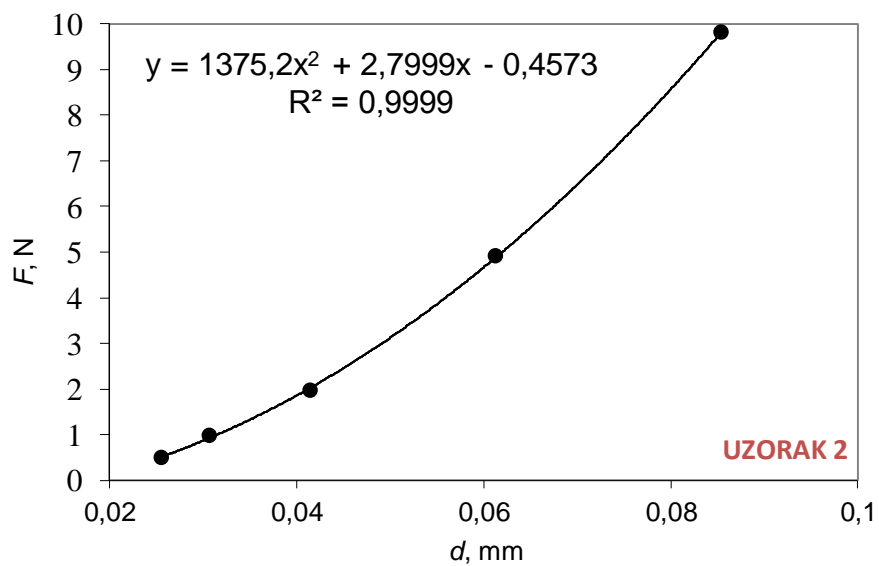
5.3.5. Primjena MPSR modela

Parametri vezani za model MPSR dobiveni su polinomnom regresijom iz dijagrama ovisnosti opterećenja F o d . Koeficijenti dobivene krivulje daju vrijednosti a_2 , a_1 i a_0 , navedenim redoslijedom. Slike 60, 61. i 62. prikazuju dijagrame za uzorak 1, 2 i 3. I ovim modelom je moguće izračunati kolika je „stvarna“ Vickersova tvrdoća (HV_T) za sva tri ispitana uzorka, a rezultati su prikazani u tablici 9.

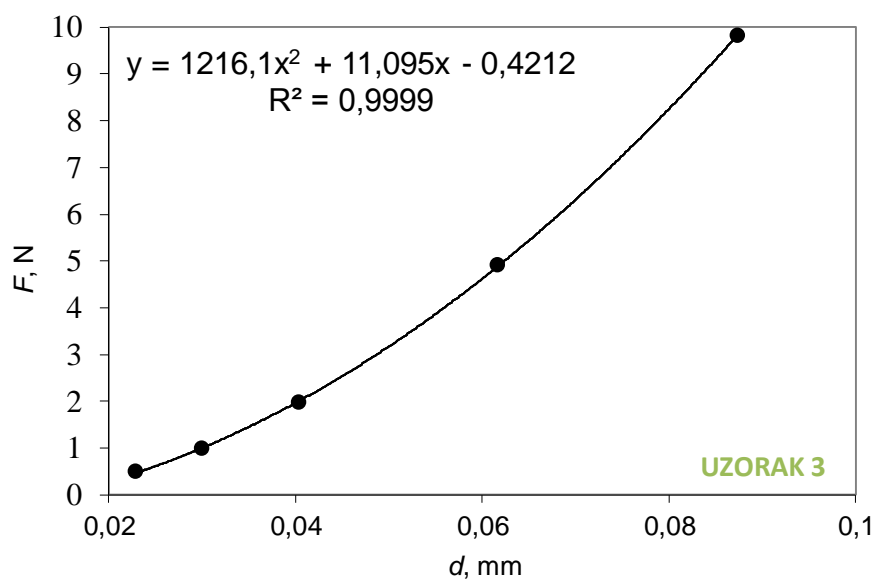
MPSR model također dobro matematički opisuje pojavu utjecaja opterećenja na tvrdoću dupleks čelika, što pokazuju visoke vrijednosti koeficijenata determinacije



Slika 55. Parametri Vickersove tvrdoće za uzorak 1 prema modelu MPSR



Slika 56. Parametri Vickersove tvrdoće za uzorak 2 prema modelu MPSR



Slika 57. Parametri Vickersove tvrdoće za uzorak 3 prema modelu MPSR

Tablica 9. Rezultati analize Vickersove tvrdoće za sva 3 uzorka prema modelu MPSR

Uzorak br.	a_0	a_1	a_2	r^2	HV_T
UZORAK 1	-0,8995	25,796	1471,4	0,9991	278,24
UZORAK 2	-0,4573	2,7999	1375,2	0,9999	260,1
UZORAK 3	-0,4212	11,095	1216	0,9999	229,95

Tablica 10. Usporedba HV_T prema PSR i MPSR za sva 3 uzorka

Uzorak br.	HV_T (prema PSR)	HV_T (prema MPSR)
UZORAK 1	368,36	278,24
UZORAK 2	297,64	260,1
UZORAK 3	266,4	229,95

Prema modelu razmjernom svojstvima uzorka (PSR) vrijednosti „stvarne“ tvrdoće (HV_T) za sva tri uzorka su veće od izmjerenih, dok je HV_T izračunata MPSR modelom veća od izmjerene samo kod uzorka 2.

Uzorak 2 ima veću „stvarnu“ tvrdoću od izmjerenih vrijednosti, što je karakteristično za obrnuti utjecaj opterećenja na tvrdoću, kada povećanjem opterećenja raste iznos mjerene tvrdoće.

Vrijednosti „stvarne tvrdoće“ HV_T , dobivene primjenom PSR i MPSR model prikazane su u tablici 10. One ukazuju na to da je MPSR model prikladniji za opis utjecaja opterećenja na tvrdoću dupleks čelika jer daje rezultate bliže realnima, budući da uzima u obzir stanje površine uzorka (zaostale površinske napetosti nastale zbog brušenja i poliranja uzorka) kroz koeficijent a_0 .

ZAKLJUČAK

Na temelju provedenih ispitivanja i dobivenih rezultata može se zaključiti sljedeće:

- Primijenjeno opterećenje utječe na rezultate mjerenja tvrdoće dupleks čelika. Povećanjem opterećenja dobivaju se više vrijednosti tvrdoće. Ova ovisnost je prisutna kod sva tri karakteristična presjeka, što je tzv. *obrnuti utjecaj opterećenja* na tvrdoću. To je potvrđeno i Meyerovim indeksom, koji je za sva tri uzorka veći od 2.
- Rasipanje rezultata izmjerene tvrdoće je veće što je primijenjeno opterećenje manje.
- Nakon primijenjenog opterećenja od $HV0,5$ iznosi izmjerenih tvrdoća se stabiliziraju odnosno tvrdoća više ne ovisi o primijenjenom opterećenju.
- Usmjerenost strukture kod dupleks čelika također znatno utječe na rezultate mjerenja tvrdoće. Na tri različita presjeka s obzirom na smjer valjanja su dobivene različite vrijednosti tvrdoće. Najviše vrijednosti tvrdoće dobivene su na presjeku paralelnom s površinom ploče (uzorak 1). Na istom uzorku je najveće i rasipanje rezultata mjerenja tvrdoće. Najujednačenije rezultate ima uzorak 3, koji predstavlja površinu okomitu na smjer valjanja.
- Analiza rezultata mjerenja Vickersove tvrdoće pokazala je da su sva tri primijenjena matematička modela prikladna za analizu utjecaja opterećenja na Vickersovu tvrdoću dupleks čelika, budući da su izračunate vrijednosti koeficijenta determinacije visoke za sva tri uzorka.
- Vrijednosti „stvarne tvrdoće“ dobivene primjenom PSR i MPSR modela ukazuju na to da je MPSR model prikladniji za opis utjecaja opterećenja na tvrdoću dupleks čelika jer daje rezultate bliže realnima, budući da uzima u obzir stanje površine ispitnog uzorka kroz koeficijent a_0 .

PRILOG

Prilog 1.

UZORAK 1

	HV 0,05		HV 0,1		HV 0,2		HV 0,5		HV 1	
	d [μm]	HV	d [μm]	HV	d [μm]	HV	d [μm]	HV	d [μm]	HV
1	21,50	201	28,78	224	36,68	276	56,85	287	74,7	332
2	21,82	195	27,83	240	38,90	245	52,78	333	74,7	332
3	21,50	201	26,25	269	37,00	271	53,45	324	77,55	317
4	21,19	125	28,14	234	37,00	271	53,2	327	75,85	322
5	24,67	152	26,56	197	36,68	276	52,93	331	74,95	330
6	22,14	189	30,04	206	37,00	271	53,45	324	74,3	334
7	20,24	226	27,20	251	37,31	266	53,9	319	76,95	313
8	21,82	195	28,78	224	39,53	237	52,7	334	75,2	328
9	21,82	149	28,14	234	36,37	281	53,45	324	78,2	311
10	19,92	234	28,14	234	35,73	291	57,05	285	75,85	322
11	22,45	184	30,67	197	37,63	262	52,54	336	79,4	313
12	20,55	220	29,41	214	37,63	262	55,1	306	79,4	294
13	23,08	174	33,20	179	38,90	245	53,45	324	78,75	299
14	21,82	195	30,67	206	36,37	281	53,9	319	77,45	310
15	19,92	234	30,36	201	34,79	307	54,35	314	76,05	320
16	20,87	213	29,09	219	35,42	296	53,2	327	80,05	302
17	24,03	161	30,04	206	36,37	281	53,45	324	80,45	336
18	23,40	169	29,09	219	37,00	271	53,45	324	77,2	321
19	23,72	165	28,78	224	37,31	266	55,3	304	79,85	296
20	22,77	179	29,09	219	36,68	276	54,1	316	75,85	322
sr.vr.	21,96	188,0	29,01	219,9	37,01	271,5	53,93	319,1	77,135	317,7
stdev	1,35	29,4	1,59	20,7	1,15	16,6	1,255	14,03	1,996	12,8

Prilog 2.**UZORAK 2**

	HV 0,05		HV 0,1		HV 0,2		HV 0,5		HV 1	
	d [μm]	HV	d [μm]	HV	d [μm]	HV	d [μm]	HV	d [μm]	HV
1	24,03	161	30,36	201	40,79	223	62,17	240	85,13	256
2	25,61	141	30,67	183	42,69	204	60,79	251	86,66	247
3	23,72	165	30,36	206	41,43	216	62,43	238	87,73	241
4	24,67	152	29,73	210	42,37	207	60,91	250	85,97	251
5	23,40	169	30,04	193	41,74	213	61,03	249	86,49	248
6	24,03	161	33,52	165	42,37	207	61,53	245	87,92	240
7	26,25	135	30,99	193	40,16	230	60,43	254	87,37	243
8	25,61	141	30,04	234	42,69	204	60,43	254	87,02	245
9	24,35	156	30,99	193	42,37	207	60,91	250	87,02	245
10	29,09	110	29,73	216	42,69	204	62,17	240	85,46	254
11	26,88	128	31,31	189	42,06	210	63,23	232	83,67	265
12	30,36	101	30,04	217	42,37	207	60,19	256	84,47	260
13	24,98	149	30,99	193	42,06	210	59,73	260	85,97	251
14	25,30	145	29,73	210	39,84	234	60,91	250	86,84	246
15	26,56	131	30,67	197	39,84	234	61,40	246	85,97	251
16	25,93	138	30,99	214	39,53	237	61,78	243	87,92	240
17	26,56	131	30,67	197	40,48	226	62,96	234	88,29	238
18	24,98	149	31,31	175	42,69	204	62,17	240	87,92	240
19	25,30	145	30,67	168	41,43	216	60,79	251	63,25	251
20	23,72	165	30,36	206	39,21	241	61,16	248	87,37	243
sr.vr.	25,57	143,7	30,66	198,2	41,44	216,6	61,36	246,6	85,42	247,8
stdev	1,76	17,9	0,84	17,2	1,20	12,8	0,93	7,4	5,36	7,2

Prilog 3.**UZORAK 3**

	HV 0,05		HV 0,1		HV 0,2		HV 0,5		HV 1	
	d [μm]	HV	d [μm]	HV	d [μm]	HV	d [μm]	HV	d [μm]	HV
1	21,50	201	28,46	229	40,16	230	62,04	241	86,31	249
2	21,50	201	28,46	229	38,26	253	62,17	240	86,66	247
3	20,55	220	28,14	234	40,16	230	61,28	247	86,84	246
4	23,72	165	29,41	214	40,48	226	61,53	245	87,02	245
5	21,82	195	30,67	197	40,48	226	62,04	241	87,02	245
6	23,40	169	30,04	206	40,48	226	62,43	238	87,92	240
7	23,08	174	30,36	201	39,84	234	62,82	235	86,31	249
8	22,14	189	30,04	206	40,16	230	62,17	240	87,55	242
9	22,45	184	29,41	214	40,48	226	61,78	243	87,73	241
10	25,61	141	28,46	229	40,48	226	61,28	247	87,73	241
11	23,40	169	29,09	219	39,84	234	61,28	247	87,37	243
12	25,30	145	31,94	182	39,84	234	61,53	245	87,92	240
13	22,14	189	30,67	197	39,84	234	61,78	243	87,73	241
14	22,45	184	32,57	175	41,43	216	61,53	245	86,66	247
15	22,77	179	31,62	186	37,95	258	61,53	245	87,73	241
16	22,14	189	30,04	206	41,11	220	61,78	243	87,55	242
17	22,45	184	29,09	219	41,74	213	60,43	254	86,66	247
18	21,50	201	28,78	224	41,11	220	60,43	254	88,29	238
19	24,35	156	30,36	201	40,48	226	61,53	245	87,73	241
20	23,72	165	30,36	201	41,11	220	60,31	255	87,55	242
sr.vr.	22,80	180,0	29,90	208,5	40,27	229,1	61,58	244,7	87,32	243,4
stdev	1,29	19,7	1,22	16,7	0,92	10,9	0,65	5,2	0,58	3,2

LITERATURA

- [1] www.dtzi.hr/upload/pdf/4.%20SEMINAR/1.%20RAD.pdf
- [2]...Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless steel, International Molybdenum Association, 1999.
- [3] www.msm.cam.ac.uk/phasetrans/2005/Stainless_steels/stainless.html
- [4] Brock, C., Hornbagen, E., Stratmann, P., Thommek, H.: Die Herstellung von Duplexgefügen in Stählen, Arch. Eisenhüttenwes., 47 (1976), 513-518
- [5] Schafmeister, P., Ergang, R.: Das Zustandsschaubild Eisen-Chrom-Nickel unter besonderen Berücksichtigung des nach Dauergluhen auftretenden sproden Gefügebestandteiles, Arch. Eisenhüttenwes., 12 (1939), 459-464
- [6] Kovčiček, F., Novosel, M., Indof, J., Čatić, I., Franz, M.: Inženjerski priručnik IV Materijali, Školska knjiga, Zagreb, 1998.
- [7] www.pfst.hr/data/materijali/KZMpredavanje_2.ppt
- [8] <http://www.boccard.fr/>
- [9] http://www.vorax.hr/dokumenti/hr/mjer_tvr_hr.html
- [10] L. Ćurković et al.: Utjecaj opterećenja na tvrdoću silicijeve karbidne keramike, Kem. Ind. 59 (10) 483–488 (2010)
- [11] M. Franz: Mehanicka svojstva materijala, Fakultet strojarstva i brodogradnje – Zagreb, 1998.
- [12] Majić, M.; Mulabdić, A; Ćurković, L.. Analiza energetske bilance pri mjerenju Knoopove tvrdoće aluminij oksidne keramike, MATRIB 2011.
- [13] Sangwal K.: On the reverse indentation size effect and microhardness measurement of solids, Materials Chemistry and Physics 63, 145–152, 2000. Elsevier Science S.A.
- [14] S.Kladarić, Ž.Rosandić, R.Marković: Određivanje tvrdoće na osnovi izmjerene mikrotvrdoće, VUSB, Slavonski Brod, 2010
- [15] <http://www.instron.com>